

12 **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: **87107410.0**

51 Int. Cl.4: **C25D 5/38**

22 Date de dépôt: **21.05.87**

30 Priorité: **26.05.86 FR 8607475**

43 Date de publication de la demande:
02.12.87 Bulletin 87/49

84 Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL SE

71 Demandeur: **ALCATEL ESPACE**
11, avenue Dubonnet
F-92407 Courbevoie Cédex(FR)

72 Inventeur: **Temprano, Serge**
505 Chemin de Tucaut
Eaunes F-31600 Muret(FR)
Inventeur: **Artero, Bernard**
1 Impasse du Canal
F-31270 Cugnaux(FR)

74 Mandataire: **Weinmiller, Jürgen et al**
Lennéstrasse 9 Postfach 24
D-8133 Feldafing(DE)

54 **Procédé de dépôt métallique sur titane par voie électrolytique.**

57 L'invention concerne un procédé de dépôt métallique sur titane par voie électrolytique comprenant une étape de décapage avec de l'acide sulfurique à 95 % RP, la température de bain étant comprise entre 30° et 80°C, la concentration étant comprise entre 20 et 80 % dans de l'eau, le temps d'immersion étant compris entre 30 secondes et 5 minutes.

Application dans le domaine de l'industrie aérospatiale.

EP 0 247 525 A1

Procédé de dépôt métallique sur titane par voie électrolytique

Actuellement, il n'existe que peu de solutions vraiment fiables pour traiter électrolytiquement le titane.

La plus utilisée est celle qui consiste à décaper le titane dans de l'acide chlorhydrique pur à 90°C puis à faire un passage dans de l'acide sulfochlorhydrique. Mais avec cette solution il apparaît plus de 50 % de défauts d'adhérence sur la matière de base, provoqués par l'oxydation rapide du titane.

L'invention a pour objet de pallier ces inconvénients.

L'invention propose, en effet, un procédé de dépôt métallique sur titane par voie électrolytique, caractérisé en ce qu'il comprend une étape de décapage avec de l'acide sulfurique à 95 % RP, la température de bain étant comprise entre 30°C et 80°C, la concentration étant comprise entre 20 et 80 % dans de l'eau, le temps d'immersion étant compris entre 30 secondes et 5 minutes.

Plus précisément le procédé d'invention comprend les étapes suivantes :

- . dégraissage chimique puis rinçages;
- . dégraissage électrolytique puis rinçages;
- . décapage avec de l'acide sulfurique à 95 % RP puis rinçages rapides.
- . dépôt d'une sous-couche de nickel;
- . dépôt d'une couche finale (or, argent...).

Le nouveau procédé consiste donc en un changement de décapage qui garantit un taux de réussite de l'ordre de de 99 %, et qui répond aux exigences sévères des normes imposées sur les équipements spatiaux : notamment le respect d'une bonne adhérence aux températures comprises entre - 100°C et + 260°C.

De plus ce procédé réduit considérablement le temps de main d'oeuvre (de l'ordre de 30 %), et les coûts matières (de l'ordre de 50 %).

Les caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront d'ailleurs de la description qui va suivre, à titre d'exemple non limitatif.

Dans le domaine aérospatial, notamment, le titane est utilisé comme support en microélectronique en couche mince ou épaisse sur céramique, en raison de différentes propriétés spécifiques : en effet il présente des qualités de légèreté, d'amagnétisme. De plus son coefficient de dilatation est adapté à celui des céramiques que l'on veut souder dessus.

Mais une soudure de la céramique sur du titane n'est pas possible à basse température. On réalise donc un dépôt métallique (or, argent...) à sa surface. Ce qui permet d'obtenir en hautes fréquences une excellente conductibilité électrique superficielle.

Le procédé de l'invention consiste en un décapage appliqué à la nuance titane T40. Ce décapage présente les caractéristiques suivantes :

- . nature du produit de décapage : acide sulfurique 95 % RP ("recta pur");
- . température du bain : 30° à 80° C;
- . concentration : 20 à 80 % dans de l'eau;
- . temps d'immersion : 30 secondes à 5 minutes.

Il est bien entendu que l'application de ce décapage à une nuance quelconque de titane, fait partie du cadre de la présente invention.

Un tel traitement permet de pallier le défaut d'adhérence d'une sous-couche de nickel sur du titane. Il permet d'améliorer l'adhérence d'un dépôt électrolytique d'un métal tel que de l'or, de l'argent, ou du cuivre... sur cette sous couche d'accrochage réalisée en nickel. Un tel procédé peut être utilisé, notamment, dans le domaine de l'industrie aéro-spatiale.

Le traitement du titane comporte donc les étapes suivantes :

- . dégraissage chimique puis rinçages;
- . dégraissage électrolytique puis rinçages;
- . décapage suivant le procédé de l'invention puis rinçages rapides (entre 15 et 20 secondes);
- . dépôt d'une sous-couche de nickel :
 - par nickelage électrolytique mat (plonger les pièces sous tension dans le bain, par exemple avec 3 ampère par dm²);
 - ou par nickelage chimique
- . dépôt éventuel d'une couche métallique finale telle que : or, argent, cuivre....

Il est bien entendu que la présente invention n'a été décrite et représentée qu'à titre d'exemple préférentiel et que l'on pourra remplacer ses éléments constitutifs par des éléments équivalents sans, pour autant, sortir du cadre de l'invention.

Revendications

1/ Procédé de dépôt métallique sur titane par voie électrolytique caractérisé en ce qu'il comprend une étape de décapage avec de l'acide sulfurique à 95 % RP, la température de bain étant comprise entre 30°C et 80°C, la concentration étant comprise entre 20 et 80 % dans de l'eau, le temps d'immersion étant compris entre 30 secondes et 5 minutes.

2/ Procédé selon la revendication 1, comprenant les étapes suivantes :

- . dégraissage chimique puis rinçages;
- . dégraissage électrolytique puis rinçages;
- . dépôt d'une sous-couche de nickel;
- . dépôt d'une couche finale,

caractérisé en ce qu'avant le dépôt de la sous-couche de nickel ledit procédé comprend une étape de décapage selon la revendication 1 suivie de rinçages rapides.

3/ Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le dépôt d'une sous-couche de nickel est réalisé par nickelage électrolytique.

4/ Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le dépôt d'une sous-couche de nickel est réalisé par nickelage chimique.

5/ Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le titane est un titane T 40.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
A	SU-A- 176 767 (KUDRYAUTSEV)		C 25 D 5/38
L	<p>---</p> <p>CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 105, no. 8, 25 août 1986, page 545, résumé no. 68875f, Columbus, Ohio, US; E. KHOROZOVA et al.: "Effect of the preliminary treatment of the support on the electrocatalytic activity of platinized titanium electrode catalyst", & NAUCHNI TR. - PLOVDIVSKI UNIV. 1984, 22(1, KHIM), 129-36</p> <p>---</p>		
A	<p>---</p> <p>CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 85, no. 8, 23 août 1976, page 485, résumé no. 53733c, Columbus, Ohio, US; & JP-A-76 10 132 (DAINI SEIKOSHA CO., LTD) 27-01-1976</p> <p>-----</p>		<p>DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)</p> <p>C 25 D 5/38 C 23 F 1/26</p>
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 09-09-1987	Examineur VAN LEEUWEN R.H.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		<p>T : théorie ou principe à la base de l'invention</p> <p>E : document de brevet antérieur, mais publié a la date de dépôt ou après cette date</p> <p>D : cité dans la demande</p> <p>L : cité pour d'autres raisons</p> <p>& : membre de la même famille, document correspondant</p>	
<p>X : particulièrement pertinent à lui seul</p> <p>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie</p> <p>A : arrière-plan technologique</p> <p>O : divulgation non-écrite</p> <p>P : document intercalaire</p>			