



⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑳ Numéro de dépôt : **91402065.6**

⑤① Int. Cl.⁵ : **C23C 28/00, C25D 5/38**

㉔ Date de dépôt : **24.07.91**

③⑩ Priorité : **26.07.90 FR 9009554**

④③ Date de publication de la demande :
12.02.92 Bulletin 92/07

⑧④ Etats contractants désignés :
DE FR GB IT

⑦① Demandeur : **SOCIETE NATIONALE D'ETUDE
ET DE CONSTRUCTION DE MOTEURS
D'AVIATION, "S.N.E.C.M.A."
2, Boulevard du Général Martial Valin
F-75015 Paris (FR)**

⑦② Inventeur : **Martinou, Robert Lucien
47, avenue du Général Leclerc
F-94360 Bry sur Marne (FR)
Inventeur : Ruimi, Michel Meyer
17, allée des Eiders
F-75019 Paris (FR)**

⑦④ Mandataire : **Moinat, François et al
S.N.E.C.M.A. Service des Brevets Boîte
Postale 81
F-91003 Evry Cédex (FR)**

⑤④ **Revêtement anti-usure sur un substrat à base titane.**

⑤⑦ Un procédé de déposition d'un revêtement anti-usure en Ag ou choisi dans le groupe des matériaux formé par Cr, Ni, Co, pris séparément ou en mélange entre eux avec ou sans particules céramiques telles que SiC, Cr₂C₃, Al₂O₃, Cr₂O₃, sur un substrat à base titane est décrit. Selon l'invention, il comporte les étapes suivantes :

- a) rugosification du substrat par sablage,
- b) dépôt d'une sous-couche d'accrochage de nickel par pulvérisation cathodique,
- c) étape intermédiaire de nettoyage
- d) activation par immersion de la pièce dans un bain cyanuré,
- e) dépôt de la couche finale anti-usure en Ag ou choisie dans le groupe formé par Cr, Ni, Co pris seuls ou en mélange entre eux avec ou sans particules céramiques telles que SiC, Cr₂C₃, Al₂O₃, Cr₂O₃.

Le domaine de la présente invention est celui des procédés de déposition de revêtements anti-usure sur des pièces en titane ou en alliage de titane et les revêtements ainsi obtenus.

Il est très difficile d'obtenir des dépôts très adhérents sur le titane et ses alliages en raison de la grande passivité de ceux-ci.

5 On a déjà proposé de faire subir un traitement préliminaire aux pièces à revêtir avant de procéder au dépôt anti-usure proprement dit, afin d'améliorer l'adhérence de celui-ci. On a déjà ainsi proposé de réaliser les traitements préliminaires suivants :

Attaque anodique dans des mélanges glycol - acide fluorhydrique, acide acétique ;

10 Prédépôt de zinc à partir de mélanges glycol - fluorures métalliques ou de mélanges aqueux à base d'acide fluoroborique, fluorhydrique et de sels métalliques ;

Décapages de longue durée dans les acides chlorhydrique ou sulfurique - chlorhydrique concentrés suivis de dépôts de fer, nickel ou cobalt en bains très acides.

15 Dans toutes ces méthodes, il est nécessaire ou recommandé de combiner le traitement préliminaire avec un traitement thermique entre 400°C et 800°C en atmosphère non contaminante vis à vis du titane afin d'améliorer la tenue du revêtement métallique. Toutefois cette tenue n'est jamais excellente. En particulier, le revêtement obtenu ne résiste pas à l'usinage ou à la rectification.

20 On a aussi proposé dans le document FR-A-1 322 970 de réaliser un traitement préliminaire par voie chimique en milieu oxydant consistant à soumettre la pièce à l'action d'un bain d'anhydride chromique, de phosphate alcalin et d'acide fluorhydrique pendant 5 à 30 mn à une température comprise entre 35°C et 100°C. Mais cette gamme présente le double inconvénient d'être génératrice d'hydrures dans le revêtement et d'assurer une pénétration indésirable d'hydrogène dans le substrat lors des opérations électrolytiques ultérieures.

L'invention a donc pour but de s'affranchir des inconvénients précités, en supprimant la génération d'hydrures par la suppression des traitements chimiques préalables du substrat et en freinant la pénétration d'hydrogène dans le substrat lors du processus électrolytique de dépôt de la couche anti-usure.

25 L'invention a également pour but de permettre un dépôt anti-usure sur des pièces en titane tout en diminuant la chute de fatigue par rapport aux procédés antérieurs et permettant de ce fait d'utiliser des substrats en titane revêtus pour des pièces soumises à une fatigue cyclique, là où les pièces obtenues par les procédés antérieurs ne le permettent pas.

30 L'invention a donc pour objet de réaliser une gamme de dépôt dans laquelle on associe les techniques de dépôt de nickel par pulvérisation cathodique magnétron afin d'assurer une sous-couche particulièrement adhérente au substrat à un dépôt électrolytique permettant la déposition d'une couche finale anti-usure.

L'invention a plus particulièrement pour objet de définir des paramètres de déposition de nickel par pulvérisation cathodique, compatibles avec les dépôts électrolytiques ultérieurs.

35 L'invention a donc pour objet un procédé de déposition d'un revêtement anti-usure en Ag ou choisi dans le groupe des matériaux formé par Cr, Ni, Co, pris séparément ou en mélange entre eux, avec ou sans particules céramiques telles que SiC, Cr₂C₃, Al₂O₃, Cr₂O₃ sur un substrat à base titane caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :

a) rugosification du substrat par sablage,

b) dépôt d'une sous-couche d'accrochage de nickel par pulvérisation cathodique ;

40 c) étape intermédiaire de nettoyage ;

d) activation électrolytique par immersion de la pièce dans un bain cyanuré ;

e) dépôt d'une couche de nickel électrolytique ;

f) dépôt de la couche finale anti-usure en Ag ou choisie dans le groupe formé par Cr, Ni, Co, pris seuls ou en mélange entre eux avec ou sans particules céramiques telles que SiC, Cr₂C₃, Al₂O₃, Cr₂O₃.

45 Selon une particularité de l'invention l'étape (b) pourra être réalisée en deux sous-étapes successives, (b1) et (b2), effectuées sous atmosphère de gaz inerte, les deux sous-étapes étant :

- b1) décapage ionique du substrat dans une enceinte à vide à une pression comprise entre 1.10ml et 50 Pa

50 - b2) nickelage par pulvérisation cathodique sous atmosphère inerte obtenue par introduction d'argon dans l'enceinte, à une pression comprise entre 2.10⁻¹ et 5 Pa.

Avantageusement l'étape (b2) sera réalisée par pulvérisation cathodique à cathode magnétron, et de façon préférentielle à une pression comprise entre 0,4 et 0,8 Pa.

D'autres caractéristiques du procédé seront précisées par la suite.

55 L'invention a également pour objet les pièces ainsi obtenues sur un substrat à base de titane et comportant depuis le substrat jusqu'à la surface :

- Une couche de Ni déposée par pulvérisation cathodique magnétron et l'épaisseur comprise entre 3 et 7 microns.

- Une couche de Ni électrolytique obtenue par prénickelage en bain acide suivie d'un nickelage en bain

sulfamate, ladite couche ayant une épaisseur comprise entre 18 et 20 microns.

– Une couche finale anti-usure en Ag ou d'un matériau choisi soit dans le groupe formé par Cr, Ni, Co, pris seuls ou en mélange entre eux avec ou sans particules céramiques telles que SiC Cr₂C₃, Al₂O₃, Cr₂O₃ ladite couche ayant une épaisseur supérieure à 80 microns.

5 D'autres caractéristiques du procédé selon l'invention vont être décrites dans le complément qui va suivre accompagné de 2 planches représentant des courbes d'essais de fatigue en flexion rotative sur des éprouvettes toriques en TA6V, selon divers états de finition indiqués en légende pour des pièces réalisées selon l'état de la technique défini par le brevet FR-A-1 322 970 ou selon l'invention.

Les courbes donnent les contraintes admissibles en flexion rotative selon le nombre de cycles effectués.

10 Pour décrire plus en détail l'invention, on explicitera la gamme de déposition à partir d'exemple de dépôts effectués sur des éprouvettes d'alliage de titane TA6V à l'état coulé. Les éprouvettes utilisées ont été les suivantes :

– des barreaux de diamètre 30mm et de hauteur 80mm

– des plaques de 100 X 20 X 2 mm

15 – des alésages de diamètre 30mm et de hauteur 12mm percés dans des barreaux.

On a tout d'abord procédé à une opération de rugosification du substrat, par sablage à sec au corindon de 50 microns ou par sablage humide au quartz de 40 microns, opération que des essais avaient démontré souhaitable pour obtenir ensuite une adhérence satisfaisante du nickel déposé dans les opérations suivantes.

20 Les pièces sont ensuite placées en enceinte sous vide dans la gamme du vide secondaire élevé, i.e. à une pression comprise entre 3.10^{-4} et 3.10^{-1} Pa.

On fait alors subir au substrat un décapage ionique qui nettoie le substrat par enlèvement de matière. Pour ce faire, les pièces sont placées en atmosphère de gaz inerte par exemple de l'argon injecté dans l'enceinte sous une pression comprise entre 1.10^{-1} et 50 Pa tandis qu'on applique une tension négative sur le substrat afin d'attirer les ions sur le substrat lors de la décharge lumineuse réalisée dans l'enceinte. L'opération peut être réalisée dans une gamme de densités de puissance comprise entre 0,05 et 0,4 W/cm².

25 Les essais ont montré que la gamme préférée était de 0,1 à 0,15W/cm² pendant une durée comprise entre 15 et 20 minutes.

Après cette opération de décapage ionique du substrat, on procède au dépôt d'une couche d'accrochage de nickel. Pour les raisons indiquées plus haut le choix du procédé de dépôt s'est porté sur un dépôt par pulvérisation cathodique.

30 On rappelle que cette technique est un procédé de dépôt sous vide fonctionnant à froid, en plasma lumineux, dans un gaz maintenu à pression réduite de 0,1 à 10 Pa. Le matériau à déposer, ici du nickel, appelé cible et placé en cathode, est introduit dans l'enceinte à vide sous forme d'une plaque de quelques millimètres d'épaisseur. Le substrat est disposé en anode.

35 A la pression résiduelle de l'enceinte, le champ électrique créé entre les 2 électrodes provoque l'ionisation du gaz résiduel qui crée un nuage lumineux entre les électrodes.

Le substrat se recouvre alors d'une couche du même matériau que la cible, due à la condensation d'atomes en provenance de la cible sous l'impact d'ions positifs contenus dans le gaz lumineux et attirés par la cible du fait de sa polarisation négative.

40 Plus précisément dans l'invention on a choisi d'effectuer le dépôt de nickel d'accrochage par pulvérisation cathodique avec cathode magnétron afin d'accroître la qualité d'adhésion du nickel et d'augmenter la vitesse du dépôt pour obtenir une gamme d'une durée compatible avec les impératifs de la production industrielle.

45 Avec une cathode magnétron on combine au champ électrique un champ magnétique intense perpendiculaire au précédent, c'est à dire parallèle à la cible. Cette superposition des deux champs a pour effet d'enrouler les trajectoires électroniques autour des lignes de champ magnétique, augmentant considérablement les chances d'ioniser une molécule de gaz au voisinage de la cathode. L'efficacité d'ionisation des électrons secondaires émis par la cathode est augmentée du fait de l'allongement de leurs trajectoires. Cette augmentation de densité ionique à proximité de la cible entraîne une augmentation importante du bombardement ionique de cette dernière d'où un accroissement de la quantité d'atomes éjectés pour une même tension appliquée.

50 Selon l'invention le substrat à revêtir placé en position d'anode, a été polarisé à une tension comprise entre -20 et -500V.

Les meilleurs résultats ont été obtenus entre -100 et -150 V.

55 La cible était en nickel pur et elle a été bombardée avec une densité de puissance comprise entre 70 et 700 W/dm², le choix de la densité de puissance de bombardement de la cible étant effectué en fonction de la température admissible par le substrat à recouvrir.

La pulvérisation a été réalisée sous atmosphère inerte dans une gamme de pression comprise entre 0,2 et 5 Pa, les meilleurs résultats étant obtenus entre 0,4 et 0,8 Pa.

Pour obtenir un dépôt de nickel de 5 à 7 microns, des durées comprises entre 45 et 60 minutes ont été

suffisantes, ce qui présente un avantage notable par rapport aux techniques antérieures qui nécessitaient plusieurs heures.

La pièce subit ensuite un dégraissage alcalin au trempé pendant 3 à 7 minutes (typiquement 5) dans un bain aqueux contenant 30 à 45 g/l de Turco 4215 NCLT ou 40 à 60 g/l de Ardrex PST 39 (marques déposées).

5 La pièce subit alors un rinçage à l'eau froide avec vérification de la continuité du film d'eau.

On effectue ensuite une activation électrolytique de la pièce par trempage de celle-ci pendant une minute sous une densité de courant (d.d.c) de 1,5 à 3 A/dm² dans un bain aqueux comportant de 60 à 80 g/l de KCN et de 10 à 50 g/l de K₂ CO₃.

10 La pièce subit alors un nouveau rinçage à l'eau froide puis on effectue des opérations de nickelage électrolytique.

Celles-ci sont réalisées en deux étapes successives :

-e1) pré-nickelage en bain acide (pH 1,1) dans les conditions opératoires suivantes :

- température : 50 ± 5°C
- d.d.c. : 6 ± 1 A / dm² pendant 3mn
- 15 puis 4 ± 1 A/dm² pendant 10mn

dans un bain contenant :

- NiCl₂, 6H₂O : 280 à 350 g/l
- Ni métal : 69 à 86 g/l
- 20 - H₃BO₃ : 28 à 35 g/l

L'épaisseur moyenne déposée est de 15 microns.

La pièce est ensuite rincée à l'eau froide.

- e2) nickelage en bain sulfamate dans les conditions opératoires suivantes :

- température : 50 ± 5°C
- d. d. c. : 2 A/dm² pendant 5 mn
- 25 puis 4A/dm² pendant 5 mn.

dans un bain contenant

- Ni sulfamate : 75 à 90 g/l
- NiCl₂, 6H₂O : 18 g/l
- ion chlorure Cl⁻ : 3,75 à 5,60 g/l
- 30 - H₃BO₃ : 30 à 40 g/l

L'épaisseur de nickel déposé est comprise entre 3 et 5 microns.

La pièce est ensuite rincée à l'eau froide.

La pièce peut ensuite recevoir son revêtement anti-usure tel que des revêtements en Cr, en Ni-Co, Ni Co SiC ou Ag- Ni.

35 Un premier exemple peut être donné avec un revêtement de chrome électrolytique obtenu sous les conditions opératoires suivantes.

- température : 54° ± 1°C
- d.d.c. : 25 A/dm² pendant 10mn puis
- 40 : 20 A/dm² pendant 12 heures

dans un bain contenant :

- CrO₃ : 225 à 275 g/l
- H₂SO₄ : 2 à 3 g/l
- Cr⁺⁺⁺ : 2,5 à 8 g/l

avec CrO₃ / H₂ SO₄ compris entre 90 et 120.

45 L'épaisseur moyenne obtenue est comprise entre 120 et 150 microns.

Un autre exemple de revêtement anti-usure est le Ni-Co à 29% Co.

Le rapport massique Ni/Co utilisé est de 20 et la somme Ni + Co en solution est de 87,5 g/l.

Le nickel et le cobalt sont introduits dans le bain sous la forme de sulfamate de nickel Ni (NH₂ SO₃)₂, 4 H₂O et de sulfamate de cobalt Co(NH₂SO₃)₂, 4H₂O dans les conditions opératoires suivantes :

- 50 - température : 50° ± 2°C
- pH : 3,9 ± 0,1
- d.d.c : 2 A/dm² pendant 10 mn puis
- 4 A/dm² pendant 3h25mn.

les pièces sont placées sur un montage tournant et le bain agité à l'air comprimé.

55 L'épaisseur moyenne obtenue est de 120 à 140 microns.

Après obtention de l'un des revêtements anti usure précités, la pièce est rincée à l'eau froide puis séchée à l'air comprimé, puis subit un dégazage à 200° + 5°C pendant 3 h.

Afin de déterminer la tenue en fatigue des pièces à base titane revêtues des dépôts anti-usure selon l'inven-

tion, des essais de fatigue en flexion rotative sur des éprouvettes toriques ont été réalisés.

Des éprouvettes revêtues selon l'invention ont été pour cela comparées à des éprouvettes revêtues selon l'état de la technique antérieure représenté par l'enseignement du document FR-A-1322970.

5 Les tableaux joints en annexe illustrent les opérations qui ont été effectuées. Ces tableaux font partie intégrante de la présente description.

Le tableau 1 montre les gammes de traitement appliquées à 56 éprouvettes dont certaines laissées à diverses étapes du procédé de revêtement avant de leur faire subir des essais de fatigue de flexion rotative.

Le tableau 2 illustre les conditions opératoires précises d'électrolyse effectuée lors des opérations indiquées dans le tableau 1.

10 Les courbes des planches 1 et 2 illustrent ces résultats en montrant lors des essais de fatigue en flexion rotative la variation des contraintes en fonction du nombre de cycles selon l'état de finition des pièces et selon qu'elles ont été obtenues par l'invention ou selon l'état de la technique.

Les courbes montrent que les pièces revêtues selon l'invention ont une chute de fatigue en flexion rotative beaucoup plus faible que celles réalisées selon l'état de la technique illustré par le brevet FRA 1 322 970.

15 Les contraintes maximales admissibles au bout de 10^8 cycles, peuvent à partir de ce tableau être résumées ainsi, selon que les revêtements (nickelage seul, Ni Co, Cr) on été réalisés au moyen de l'invention ou selon l'état de la technique

20

σ (MPa)	Substrat			
	TA 6V	Prénickelage	Ni Co	Cr
	(réf)			
ETAT DE LA	500	200	170	250
TECHNIQUE				
INVENTION	500	380	380	440

25

30

35 Le tableau 3 montre les résultats d'essais de fatigue vibratoire réalisés, en fonction de la nature du traitement réalisé sur chaque échantillon, du nombre de cycles et des contraintes maximales appliquées.

40

45

50

55

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

**GAMMES DE TRAITEMENT APPLIQUEES SUR
EPROUVETTES DE FATIGUE DE FLEXION ROTATIVE**

Tableau 1

REPERES DES EPROUVETTES	GAMMES DE TRAITEMENT	(1) (1) (1) (1) (1) (1) (2) (2) (2)
42-33-26-38-35-29-40	Etat rectifié poli + Nickel PVD	(1)
64-65-66-67-68-69-70	Sablage sec + Nickel PVD	(1)
50-51-52-53-54-55-56	Sablage sec + Ni PVD + pré-nickelage pH 1,1 + nickelage sulfamate	(1)
15-37-32-36-34-30-33	Sablage sec + Ni PVD + pré-nickelage pH 1,1 + nickelage sulfamate + nickel-cobalt	(1)
25-31-41-36-37-38-39	Idem ci-dessus + chrome	(1)
9-10-11-12-13-14-16	Sablage sec + activation + pré-nickelage pH 1,1 + nickelage sulfamate	(2)
57-58-59-60-61-62-63	Même gamme de préparation + chrome	(2)
17-19-20-21-22-23-24	Idem ci-dessus + nickel - cobalt	(2)

(1) Gamme Selon l'invention (nickel PVD + dépôts électrolytiques)

(2) Gamme selon l'état de l'art (préparation chimique + dépôts galvaniques)

CONDITIONS OPERATOIRES D'ELECTROLYSE (*)
APPLIQUEES SUR LES EPROUVETTES DE FATIGUE DE FLEXION ROTATIVE
Tableau 2

B A I N S	GAMME selon état de la technique				GAMME selon l'invention			
	d. dc A/dm ²	I1 mA	I2 mA	durée min.	d. dc A/dm ²	I1 mA	I2 mA	durée min.
PRE-NICKELAGE pH 1,1	8	540	816	5	7	476	714	3
	4	272	408	10	4,5	306	459	10
NICKEL-SULFAMATE	2	135	204	5	2	136	204	5
	4	272	408	5	4	272	408	5
CHROME	40	2720	4080	10	25	1700	2550	10
	35	2400	3500	8h	20	1360	2040	12h
NICKEL-COBALT (29% de cobalt)	2	135	204	10	2	135	204	10
	4	272	408	3h25	4	272	408	3h25

(*) Montage tournant

I1 = 2 épreuves I2 = 3 épreuves

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

RESULTATS D'ESSAIS DE FATIGUE VIBRATOIRE
Tableau 3

NATURE DU TRAITEMENT	Contrainte maximale 10 ⁵ cycles	Chute de limite de fatigue	Contrainte maximale 10 ⁸ cycles	Chute de limite de fatigue
(1) TA6V état de référence	600 MPa	/	520 MPa	/
(2) Etat rectifié poli+nickel PVD (1)	570 MPa	5%	420 MPa	19%
(3) Etat sablage sec + nickel PVD (1)	550 MPa	9%	420 MPa	19%
(4) Sablage sec + nickel PVD + pré-nickelage + nickel sulfamate (1)	550	9%	400 MPa	23%
(5) Idem gamme (4) + nickel-cobalt 0,1 mm + 3h 200°C (1)	480 MPa	20%	380 MPa	27%
(6) Idem gamme (4) + chrome 0,1 mm + 3h 200°C (1)	520 MPa	13	440 MPa	15%
(7) Sablage sec + activation + pré-nickelage + nickel sulfamate (2)	400 MPa	33%	200 MPa	61%
(8) Idem gamme (7) + nickel-cobalt 0,1 mm + 3h 200°C (2)	300 MPa	50%	170 MPa	67%
(9) Idem gamme (7) + chrome 0,1 mm + 3h 200°C (2)	280 MPa	53%	250 MPa	52%

(1) Gamme selon l'invention (nickel PVD + dépôts électrolytiques)

(2) Gamme selon l'état de la technique (préparation chimique + dépôts électrolytiques)

Si on examine comparativement les résultats de ces essais sur des pièces à même niveau de revêtement, selon que le revêtement est obtenu selon l'invention et selon l'état de la technique, on peut voir les points suivants :

5 La chute de limite de fatigue après 10^8 cycles de pièces ayant subi seulement les nickelages (donc avant revêtement final) est de 61 % si la pièce est obtenue selon l'état de la technique antérieure, mais seulement de 23 % si la pièce est obtenue par nickel PVD puis électrolyse comme préconisé par l'invention.

A l'état revêtu, pour des revêtements de chrome de 0,1 mm d'épaisseur, la chute de limite de fatigue est de 52 % pour les pièces selon l'état de la technique et seulement de 15 % pour les pièces selon l'invention.

10 Pour les revêtements nickel-cobalt de 0,1mm, la différence est encore plus importante car la chute de limite de fatigue de 67 % pour l'état de la technique, tombe à 27 % pour les pièces selon l'invention.

Les résultats indiqués ci-dessus montrent que l'invention permet de limiter notablement l'abaissement de la limite de fatigue des pièces revêtues de dépôts protecteurs par rapport au substrat non revêtu, tant en fatigue vibratoire qu'en fatigue par flexion rotative.

15 En réalisant ainsi un procédé industriellement exploitable (en raison de ses durées comparativement limitées par rapport à l'état de l'art) pour la réalisation de dépôts anti-usure fiables et durables sur des substrats en alliage de titane, l'invention permet de réaliser en titane revêtu, des pièces qui auparavant n'auraient pas pu être utilisées en environnement contraignant.

20 On peut donc utiliser des substrats titane, beaucoup plus légers que les matériaux habituellement utilisés pour des pièces soumises à des contraintes durables de fatigue, tant en flexion de rotation qu'en fatigue vibratoire.

Revendications

- 25 1. Procédé de déposition d'un revêtement anti-usure en Ag ou choisi dans le groupe des matériaux formé par Cr, Ni, Co, pris séparément ou en mélange entre eux avec ou sans particules céramiques telles que SiC, Cr_2C_3 , Al_2O_3 , Cr_2O_3 , sur un substrat à base titane caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :
- 30 a) rugosification du substrat par sablage,
 b) dépôt d'une sous-couche d'accrochage de nickel par pulvérisation cathodique,
 c) étape intermédiaire de nettoyage
 d) activation par immersion de la pièce dans un bain cyanuré,
 e) dépôt d'une couche de nickel électrolytique,
 35 f) dépôt de la couche finale anti-usure en Ag ou choisie dans le groupe forme par Cr, Ni, Co, pris seuls ou en mélange entre eux avec ou sans particules céramiques telles que SiC, Cr_2C_3 , Al_2O_3 , Cr_2O_3 .
2. Procédé de déposition selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape (b) est constituée de deux sous-étapes successives b_1 et b_2 effectuées sous atmosphère de gaz inerte, lesdites sous-étapes étant
 40 – b_1) décapage ionique du substrat dans une enceinte à vide à une pression comprise entre 1.10^{-1} et 50 Pa.
 – b_2) nickelage par pulvérisation cathodique sous atmosphère inerte obtenue par introduction d'argon dans l'enceinte, à une pression comprise entre 2.10^{-1} et 5Pa.
3. Procédé de déposition selon la revendication 2 caractérisé en ce que la sous-étape b_2 est effectuée à une
 45 pression comprise entre 0,4 et 0,8 Pa.
4. Procédé de déposition selon l'une des revendications 2 ou 3 caractérisé en ce que l'étape (b_2) est effectuée par pulvérisation cathodique à cathode magnétron.
- 50 5. Procédé de déposition selon l'une des revendications 2 ou 3 caractérisé en ce que le substrat à revêtir placé en position d'anode est polarisé à une tension comprise entre -20 et -500V.
6. Procédé de déposition selon la revendication 5, caractérisé en ce que le substrat est polarisé à une tension comprise entre -100 et -150V.
- 55 7. Procédé de déposition selon la revendication 6 caractérisé en ce que la cible est en nickel pur et en ce qu'elle est bombardée avec une densité de puissance comprise entre 70 et 700 W/dm², le choix de la densité de puissance de bombardement de la cible étant effectué en fonction de la température admissible

par le substrat à recouvrir.

- 5
8. Procédé de déposition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que l'étape c) de nettoyage est réalisée par trempage de la pièce dans un bain alcalin pendant 3 à 7 mn, suivi d'un rinçage à l'eau froide.
- 10
9. Procédé de déposition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que l'étape (e) est constituée de deux sous-étapes successives :
- e1) prénickelage en bain acide à 50°C + 5°C sous une d.d.c. de 6 ± 1 A/dm² pendant 3 minutes puis sous une d.d.c. de 4 ± 1 A/dm² pendant 10 minutes.
 - e2) nickelage en bain sulfamate sous une d.d.c comprise entre 2 et 4 A/dm² pendant 5 minutes.
- 15
10. Procédé de déposition selon la revendication 9 caractérisée en ce qu'il comporte des rinçages à l'eau froide entre chacune des étapes d, e1, e2, et f.
- 20
11. Pièce dont le substrat est à base de titane, caractérisée en ce que elle comporte depuis le substrat jusqu'à la surface
- une couche de Ni déposée par pulvérisation cathodique magnétron et d'épaisseur comprise entre 3 et 7 microns.
 - une couche de Ni électrolytique obtenue par prénickelage en bain acide suivi d'un nickelage en bain sulfamate ladite couche ayant une épaisseur comprise entre 18 et 20 microns.
 - une couche finale anti-usure en Ag ou en un matériau choisi dans le groupe formé par Cr, Ni, Co, pris seuls ou en mélange entre eux, avec ou sans particules céramiques telles que SiC, Cr₂C₃, Al₂O₃, Cr₂O₃, ladite couche ayant une épaisseur supérieure à 80 microns.
- 25
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55

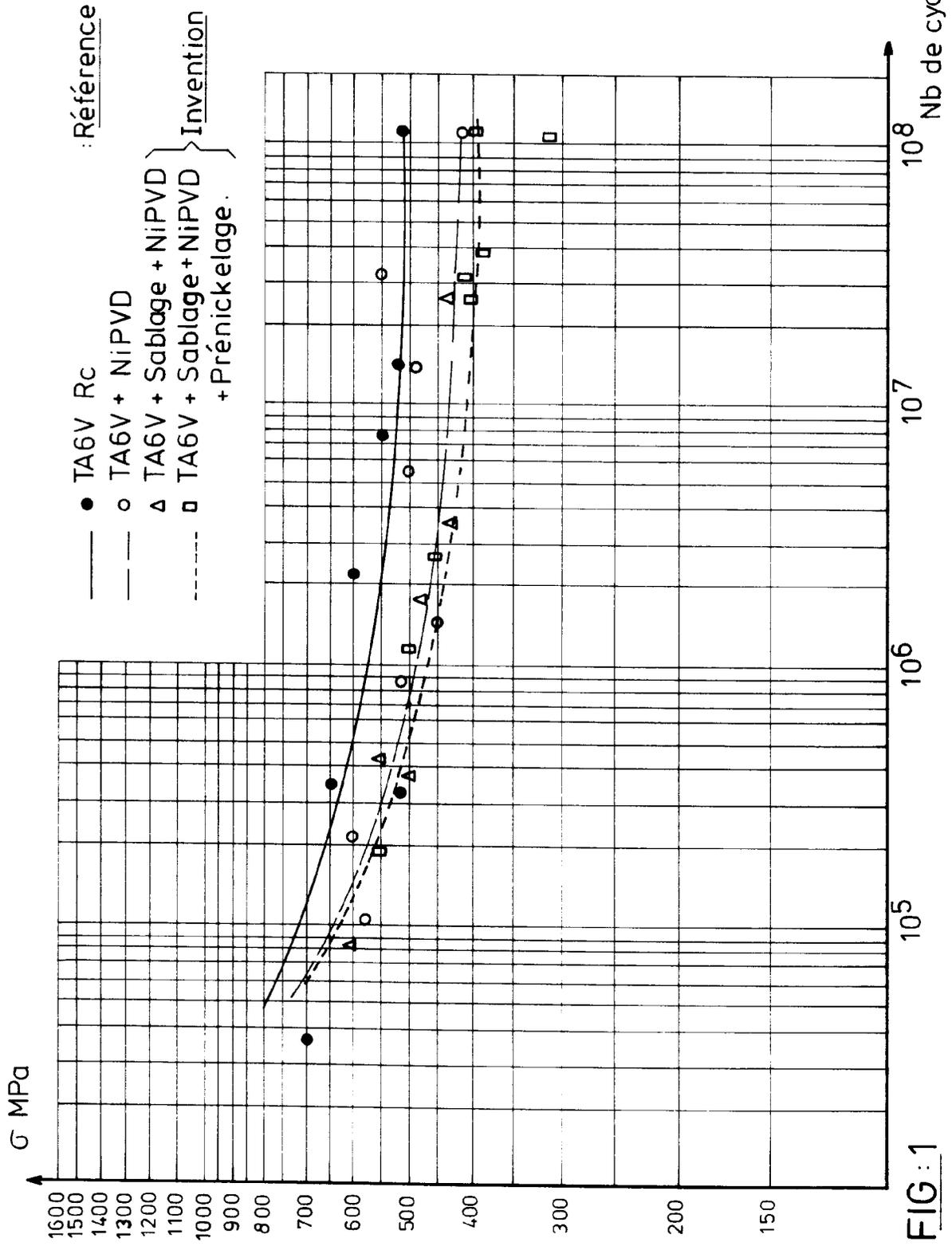


FIG:1

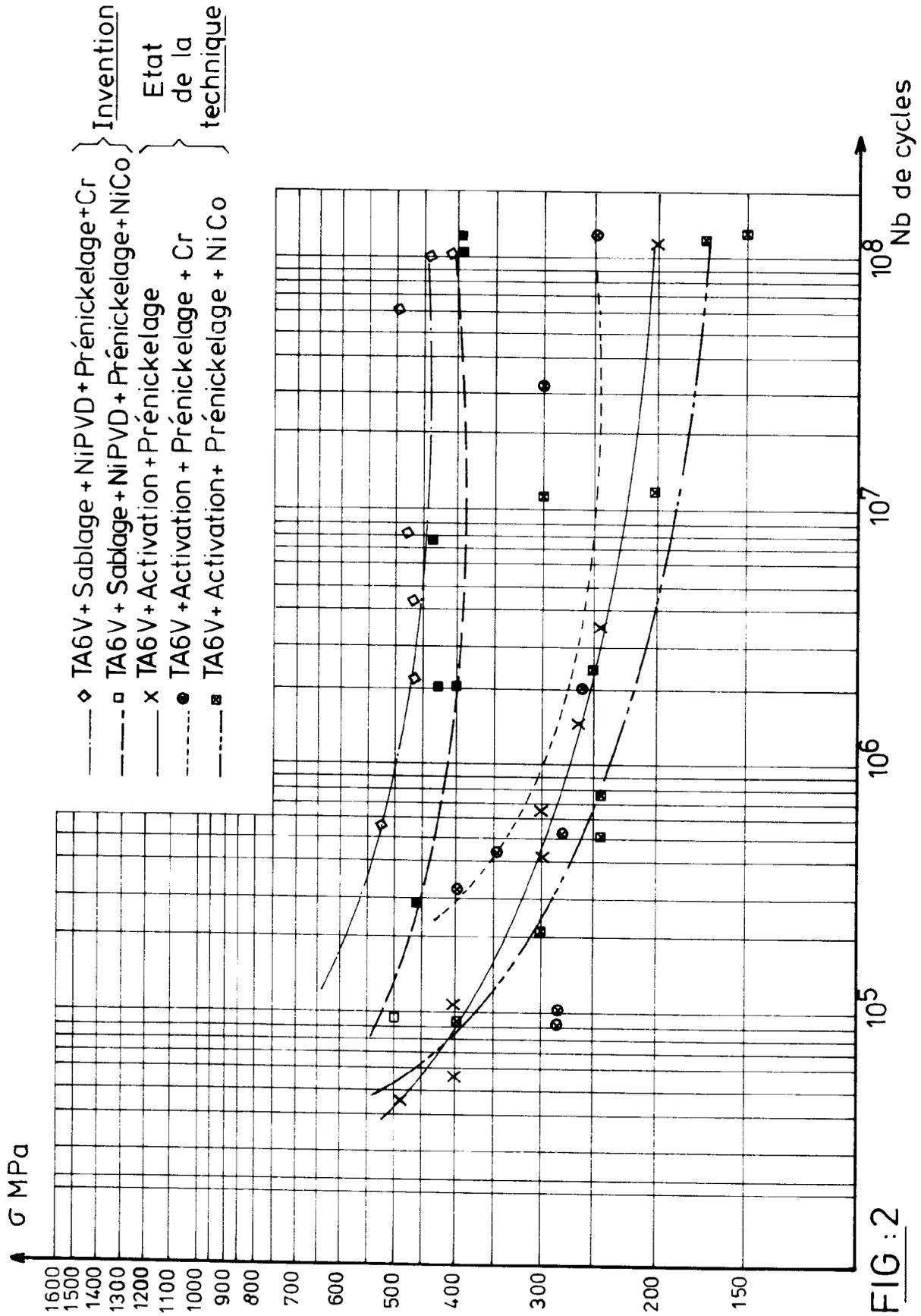


FIG:2

Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 2065

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.5)
A	EP-A-0 188 057 (AVCO) ---		C 23 C 28/00
A	EP-A-0 186 266 (AVCO) ---		C 25 D 5/38
A	EP-A-0 155 611 (DEUTSCHE LUFTHANSA) ---		
A	PLATING AND SURFACE FINISHING, vol. 75, no. 2, février 1988, pages 71-75; T.G. BEAT et al.: "Plating on molybdenum" -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C 23 C 28/00 C 23 C 28/02 C 25 D 5/38 C 25 D 5/10
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 24-09-1991	Examinateur VAN LEEUWEN R.H.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1503 03 82 (P0402)