(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) **EP 2 553 148 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
08.01.2014 Bulletin 2014/02

(21) Numéro de dépôt: **11717696.6**

(22) Date de dépôt: **30.03.2011**

(51) Int Cl.:
C25D 17/10 *(2006.01)* ***C25D 17/12*** *(2006.01)*
C25D 21/12 *(2006.01)*

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2011/050715

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2011/121240 (06.10.2011 Gazette 2011/40)

(54) DISPOSITIF ET PROCÉDÉ POUR CONTRÔLER L'EFFICACITÉ D'UN BAIN D'ÉLECTRODÉPOSITION MÉTALLIQUE

VORRICHTUNG ZUR KONTROLLE DER PHYSIKALISCHEN EIGENSCHAFTEN EINES METALLISCHEN ELEKTROBESCHICHTUNGSBADES

DEVICE FOR CONTROLING THE PHYSICAL CHARACTERISTICS OF A METALLIC ELECTRODEPOSITING BATH

(84) Etats contractants désignés:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR

(30) Priorité: **31.03.2010 FR 1052373**

(43) Date de publication de la demande:
06.02.2013 Bulletin 2013/06

(73) Titulaire: **Snecma**
75015 Paris (FR)

(72) Inventeurs:
- **LAGRANGE, Frédéric**
  F-87170 Avanton (FR)
- **MOLET, Hervé**
  F-37160 La Celle Saint Avant (FR)

(74) Mandataire: **Gevers France**
41, avenue de Friedland
75008 Paris (FR)

(56) Documents cités:
WO-A1-2006/053877 **US-A- 3 132 080**
US-A1- 2004 262 152 **US-A1- 2006 289 299**

- **TAN Y-J ET AL: "CHARACTERISING NONUNIFORM ELECTRODEPOSITION AND ELECTRODISSOLUTION USING THE NOVEL WIRE BEAM ELECTRODE METHOD", JOURNAL OF APPLIED ELECTROCHEMISTRY, SPRINGER, DORDRECHT, NL LNKD- DOI: 10.1007/S10800-004-2457-7, vol. 34, no. 11, 1 novembre 2004 (2004-11-01), pages 1093-1101, XP001504752, ISSN: 0021-891X**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 2 553 148 B1

Description

[0001] La présente invention concerne un dispositif et un procédé pour contrôler l'efficacité d'un bain d'électrodéposition métallique (contenant notamment des éléments métalliques et des adjuvants) et plus particulièrement, quoique non exclusivement, l'épaisseur du revêtement métallique déposé sur les pièces traitées et l'aspect extérieur comme la brillance.

[0002] Avant d'effectuer de tels revêtements (placages) sur des pièces par électrodéposition, il est nécessaire de faire des contrôles du bain d'électrodéposition métallique liquide en question de manière à déterminer notamment, pour telles température et composition du bain et sous l'action d'un courant prédéterminé, quelle épaisseur et/ou quelle brillance ou autres caractéristiques aura le revêtement obtenu sur la pièce traitée en fonction de ce que l'on cherche à atteindre, par exemple, une résistance à la corrosion élevée pour des pièces mécaniques, une brillance ou un éclat particulier pour des pièces d'orfèvrerie, etc...

[0003] Actuellement, des dispositifs de contrôle de ce type sont généralement connus en tant que cellules de Hull (voir, par exemple, le brevet US-2 149 344). Ils comportent une cuve contenant le bain d'électrodéposition métallique liquide à déposer, des électrodes respectivement anodique et cathodique plongées dans le bain et un générateur de courant reliant les électrodes. L'électrode cathodique, sur laquelle se fixe le revêtement de dépôt métallique, se présente sous la forme d'une plaque métallique rectangulaire ou autre, inclinée par rapport à l'électrode anodique de manière que la distance les séparant varie progressivement d'une extrémité à l'autre de la plaque.

[0004] Ainsi, sous le courant électrique (intensité) délivré par le générateur et circulant entre les électrodes à travers le bain d'électrodéposition métallique et du fait de l'écartement progressif des électrodes, sous une densité de courant variable (rapport entre l'intensité et la surface de l'électrode cathodique), l'épaisseur du revêtement métallique déposé va évoluer progressivement le long de la plaque cathodique inclinée et, également, la brillance de celle-ci. On peut ainsi étudier l'influence de la densité de courant sur la quantité de dépôt (épaisseur du revêtement, brillance,...) avec des conditions d'électrolyse fixées.

[0005] Le dispositif de contrôle ci-dessus par cellule de Hull, bien que donnant des résultats certains, présentent néanmoins de nombreux inconvénients, dont les plus importants sont énumérés ci-dessous.

1. Tout d'abord, il ne permet pas de balayer une plage choisie de densités de courant avec précision puisque, pour une intensité appliquée à l'électrode anodique, la plage des densités de courant reçues sur la plaque cathodique inclinée est subie par celle-ci.
2. Il ne donne pas de plus la densité de courant réelle en chaque point de la cathode, de sorte que l'on a recours à un logiciel pour calculer la densité de courant théorique en un point considéré ou d'échelles ou abaques donnés par le fabricant.
3. Il ne permet pas également de mesurer l'efficacité du revêtement déposé sur la cathode inclinée (proportionnelle à la masse métallique déposée en fonction de la densité de courant), car le dispositif fait appel à une plaque métallique inclinée comme cathode sans possibilité de mesure de masse déposée en fonction de la densité de courant. Pour une épaisseur donnée de revêtement déposé sur la plaque inclinée, on ne sait pas exactement quelle est la densité de courant appliquée.
4. Il ne tient pas compte des conditions hydrodynamiques réelles lorsqu'on se trouve avec des cuves de production avec agitation du bain. Le dispositif usuel à cellule de Hull est destiné à une utilisation en laboratoire, avec une cuve de petite dimension sans agitation du bain.
5. Besoin de matériel pour garantir la température de l'électrolyte (bain) testé.

[0006] Certes, pour pallier l'inconvénient 4, la plaque cathodique inclinée peut être remplacée par un cylindre métallique rotatif dont la rotation permet d'avoir une vitesse relative non nulle entre la cathode et le liquide du bain.

[0007] On connaît aussi par le document US 2004/0262152, un dispositif de contrôle des caractéristiques d'un bain métallique qui comporte, dans une base et un couvercle du dispositif, un substrat isolant revêtu de segments ou sections d'électrode séparés dans lesquels circulent des courants à des fins de déterminer l'épaisseur ou la masse du revêtement déposé sur les sections selon le courant traversé dans celles-ci. Cependant, un tel dispositif est de forme irrégulière et de volume conséquent et se trouve totalement disposé dans le bain, de sorte qu'il paraît difficilement exploitable pour des cuves de production. Il convient davantage à des cuves de laboratoire.

[0008] La présente invention a pour objet de remédier à ces différents inconvénients et concerne un dispositif et un procédé pour contrôler l'efficacité d'un bain d'électrodéposition métallique, dont la conception permet entre autres de balayer une plage choisie de densités de courant avec précision, de donner la densité de courant réelle en chaque point, de mesurer le revêtement déposé et d'en déduire la masse, l'épaisseur et la brillance pour une densité de courant donnée, et de tenir compte des conditions hydrodynamiques réelles.

[0009] A cet effet, le dispositif pour contrôler l'efficacité d'un bain d'électrodéposition métallique contenu dans une cuve notamment dans des conditions de production de pièces, est du type comportant des électrodes respectivement anodique et cathodique reliées à un générateur de courant électrique, ladite électrode cathodique se composant d'une pluralité d'éprouvettes individuelles

aptes à être plongées dans ledit bain d'électrodéposition métallique et alimentées par une unité d'alimentation électrique commandable. Celle-ci est reliée au générateur de courant et comporte des moyens pour régler le courant traversant lesdites éprouvettes cathodiques de manière que dans chacune d'elles circule un courant déterminé.

[0010] Le dispositif ci-dessus est remarquable par le fait que les éprouvettes cathodiques individuelles sont suspendues à un porte-éprouvettes mobile, disposé au-dessus du bain métallique de la cuve pour immerger pratiquement seulement les éprouvettes dans ledit bain.

[0011] Ainsi, grâce au dispositif de l'invention, on réalise simultanément, au cours d'un même et seul contrôle, le dépôt d'un revêtement métallique sur chacune des éprouvettes cathodiques individuelles en imposant des densités de courant distinctes sur celles-ci. De la sorte, on obtient pour une pluralité d'éprouvettes soumises à une plage choisie et précise de densités de courant variables et distinctes, des revêtements différents correspondant aux densités de courant utilisées. En conséquence, on peut déterminer précisément l'efficacité du bain contrôlé en question par la masse du revêtement déposée pour chaque éprouvette soumise directement à une densité de courant spécifique, (notamment par des pesées avant et après le contrôle) et, ainsi, déterminer les caractéristiques d'épaisseur, de brillance et autres que l'on obtient pour une densité de courant imposée.

[0012] De plus, comme pratiquement seules les éprouvettes sont au contact du bain dans la cuve de production, le reste du dispositif étant à l'extérieur, les mesures effectuées sont sûres et fiables, sans risque de perturbations par ce dernier. Et, avantageusement, le porte-éprouvettes est non seulement mobile verticalement pour l'immersion des éprouvettes mais aussi horizontalement, de sorte que le déplacement horizontal des éprouvettes suspendues permet d'avoir une vitesse relative entre la surface à revêtir et le bain métallique liquide, lors du contrôle de celui-ci.

[0013] A partir de là, après le contrôle de l'efficacité du bain électrolytique métallique en question (selon sa composition, son Ph, sa température et autres paramètres) par le dispositif, les pièces ultérieures à traiter (placage) seront soumises au courant choisi pour l'obtention sur celles-ci du revêtement souhaité dont l'épaisseur correspond à une résistance à la corrosion donnée ou à une brillance particulière.

[0014] Le dispositif de l'invention s'affranchit des inconvénients antérieurs en couvrant, par les éprouvettes cathodiques individuelles, une plage de densités de courant déterminée et précise et en mesurant le revêtement déposé sur chaque éprouvette individuelle, proportionnel à la masse métallique déposée issue du bain en fonction de la densité de courant appliquée et représentatif de l'efficacité du bain en cours de contrôle.

[0015] Une fois le contrôle du bain effectué, la ou les pièces à traiter sont plongées dans le bain sous une intensité donnée correspondant à l'épaisseur du revêtement métallique à déposer. Le dispositif de contrôle peut être ainsi utilisé périodiquement pour vérifier le bain.

[0016] Dans un mode préféré de réalisation, les moyens de réglage du courant de l'unité d'alimentation électrique sont définis, pour chaque éprouvette cathodique, par une résistance variable reliée, d'un côté, au générateur de courant et, de l'autre côté, à l'éprouvette cathodique correspondante. On remarque la simplicité de réalisation des moyens de réglage assurant la fiabilité de fonctionnement de l'unité à l'usage.

[0017] Et il est avantageusement prévu, entre chaque résistance variable et son éprouvette cathodique correspondante, un instrument de mesure du courant passant dans l'éprouvette, sous la forme d'un ampèremètre ou analogue. Ainsi, le dispositif délivre l'intensité par une lecture directe et la densité de courant réelle en chaque point des éprouvettes cathodiques est obtenue par calcul ou alors l'ampèremètre est gradué de façon particulière pour afficher la densité.

[0018] De préférence, lorsque la cuve est une cuve de production dans laquelle sont plongées par la suite les pièces à traiter, la disposition des éprouvettes cathodiques individuelles est quelconque dans ledit bain, en raison de la dimension importante de ladite cuve de production, n'engendrant pas ou peu de « perturbations » entre les éprouvettes cathodiques.

[0019] Cependant, la disposition des éprouvettes cathodiques individuelles pourrait s'établir dans un même plan horizontal dans le bain métallique, les éprouvettes cathodiques alignées dans le plan horizontal pouvant être régulièrement espacées les unes des autres.

[0020] En particulier, les éprouvettes cathodiques individuelles sont identiques dimensionnellement et présentent une forme de disque.

[0021] Par ailleurs, des moyens d'agitation du bain métallique liquide sont associés à la cuve, notamment lorsque celle-ci est une cuve de production. Pour le bain de la cuve sont en outre prévues deux électrodes anodiques sous forme de grilles ou plaques de préférence parallèles entre lesquelles sont agencées les éprouvettes cathodiques.

[0022] L'invention concerne également le procédé de contrôle des caractéristiques d'un bain d'électrodéposition métallique contenu dans une cuve dans les conditions de production de pièces revêtues. Il est remarquable par le fait qu'il utilise le dispositif de contrôle tel que défini selon l'une des revendications précédentes, et qu'il comprend les étapes consistant à :

- peser les éprouvettes cathodiques individuelles avant leur mise en place sur le porte-éprouvettes mobile du dispositif ;
- suspendre les éprouvettes au porte-éprouvettes ;
- immerger les éprouvettes suspendues dans le bain d'électrodéposition ;
- soumettre individuellement les éprouvettes à un courant d'intensité choisie et réglable ;
- après dépôt d'un revêtement métallique sur les

éprouvettes, retirer celles-ci du bain par le porte-éprouvettes mobile ; et

- peser les éprouvettes revêtues pour déterminer la masse du revêtement déposé pour chaque éprouvette.

[0023] Avantageusement, après la pesée des éprouvettes revêtues, on établit des courbes d'efficacité pour chaque bain contrôlé représentatives de la vitesse de dépôt en fonction de la densité de courant dans chaque éprouvette, et, selon les courbes d'efficacité obtenues lors du contrôle du bain, on modifie, le cas échéant, au moins l'un des paramètres du bain pour déposer le revêtement sur les pièces dans des conditions de production optimales.

[0024] Ainsi, un tel procédé et un tel dispositif permettent de caractériser directement l'efficacité d'un bain, qu'il soit nouveau ou en service, et de pouvoir utiliser les paramètres établis pour la production des pièces à traiter et éviter le rebut de celles-ci, et également de pouvoir s'adapter à tout type de cuves et/de bains d'un atelier ou autre sans difficultés.

[0025] Les figures du dessin annexé feront bien comprendre comment l'invention peut être réalisée. Sur ces figures, des références identiques désignent des éléments semblables.

La figure 1 est une vue en coupe transversale schématique d'un dispositif de contrôle d'un bain d'électrodéposition métallique, conformément à l'invention.

La figure 2 est une vue agrandie de l'une desdites éprouvettes cathodiques individuelles, selon la flèche F de la figure 1.

La figure 3 montre l'unité d'alimentation électrique commandable de chacune des éprouvettes cathodiques du dispositif.

Les figures 4 et 5 représentent des exemples de courbes d'efficacité de différents bains, obtenus à partir du dispositif de contrôle et de la mise en oeuvre du procédé conformément à l'invention.

[0026] Le dispositif de contrôle 1 représenté schématiquement sur la figure 1 est associé, dans cet exemple, à une cuve de production 2 contenant le bain d'électrodéposition métallique liquide 3 dont on veut vérifier l'efficacité de sa composition selon certaines caractéristiques de fonctionnement. En effet, à partir de celles-ci, on peut ensuite régler les paramètres de production pour obtenir le résultat souhaité sur les pièces à traiter, notamment en ce qui concerne des propriétés mécaniques, d'aspect extérieur, etc..., selon l'épaisseur déposée du revêtement, en fonction du courant utilisé.

[0027] Dans l'application préférentielle de l'invention, le bain métallique est un bain de platine (ions Pt^{2+}, Pt^{4+}) auquel sont ajoutés des adjuvants, en vue de déposer, par le passage d'un courant électrique issu d'un générateur de courant 4 et circulant entre des électrodes respectivement anodique 5 et cathodique 6 plongées dans le bain 3, un revêtement de platine sur des aubes de turbomachine ou analogue formant la cathode, et d'améliorer ainsi leur tenue vis-à-vis de l'oxydation et de la corrosion.

[0028] Le dispositif de contrôle pourrait bien sûr être associé à un autre type de cuve, comme une cuve de laboratoire.

[0029] Dans cette cuve de production 2 sensiblement parallélipédique, l'électrode anodique 5 est définie par deux anodes sous forme de grilles ou plaques métalliques 7, parallèles dans cette représentation, mais non nécessairement, et agencées verticalement le long de deux côtés latéraux et opposés 8 de la cuve. Et l'électrode cathodique 6, par la suite définie par la ou les pièces à traiter, se compose dans le dispositif de contrôle 1 de l'invention par une pluralité d'éprouvettes cathodiques individuelles 9. Chacune d'elles sera soumise, comme on le verra ultérieurement, à un courant électrique spécifique et différent de ceux circulant dans les autres éprouvettes, de sorte à réaliser des dépôts avec des intensités distinctes sur celles-ci et de mesurer les résultats de masse et, donc, d'épaisseur (on pourrait aussi rechercher à obtenir la même masse sur une plage d'intensités donnée).

[0030] Plus particulièrement, les éprouvettes cathodiques individuelles 9 sont dimensionnellement identiques et sont, dans cet exemple, au nombre de dix avec une forme de disque plein comme le montrent les figures 1 et 2. Et elles sont plongées dans le bain métallique 3 en ayant leur disque perpendiculaire aux anodes et en étant alignées horizontalement. Cette disposition n'est pas une nécessité absolue, comme on le verra ci-après. L'ensemble de ces éprouvettes est suspendu à un porte-éprouvettes qui est symbolisé en 10 sur la figure 1 par des liens respectifs 13, et qui est avantageusement commandable pour, d'une part, déplacer les éprouvettes 9 horizontalement pour imprimer une vitesse relative entre les éprouvettes et le bain et pour participer quelque peu au brassage du bain 3 et, d'autre part, verticalement pour relever et abaisser les éprouvettes 9 par rapport au bain d'électrodéposition métallique liquide 3. Bien entendu, le nombre et la forme des éprouvettes pourraient être différents. Le déplacement horizontal du porte-éprouvettes s'effectue, dans cet exemple de cuve de production, par un système non représenté de maintien des pièces de production.

[0031] Pour pouvoir régler le courant traversant les éprouvettes individuelles à une valeur spécifique à chacune, le dispositif de contrôle 1 comprend une unité d'alimentation électrique commandable 11 qui est, d'un côté, relié au générateur de courant 4 et, de l'autre, aux éprouvettes cathodiques individuelles 9. En particulier, comme on le voit mieux sur la figure 3, l'unité 11 in-clut des moyens 12 pour régler le courant qui traverse les éprouvettes à la valeur souhaitée, lesquels moyens 12 se composent d'autant de résistances électriques ou électroniques variables 14 qu'il y a d'éprouvettes cathodiques in-

dividuelles 9. L'ensemble de ces résistances variables 14 individuelles, elles aussi, est relié, d'un côté, par un connecteur de liaison commun 15 au générateur de courant 4, tandis que chacune d'elle est reliée, de l'autre côté, au lien 13 de l'électrode cathodique concernée par un connecteur de liaison 16.

[0032] On comprend donc que le réglage des résistances variables 14 permet de choisir l'intensité de courant traversant chacune des éprouvettes 9 et, donc, la densité de courant (intensité/surface de l'éprouvette) étudiée pour chaque éprouvette plongée dans le bain métallique.

[0033] Par ailleurs, un instrument de mesure du courant 17 issu de chaque résistance est prévu, tel qu'un ampèremètre qui est monté en série entre chaque résistance variable 14 et son éprouvette cathodique 9 dans l'unité 11.

[0034] Avec une telle conception, le dispositif de contrôle 1 permet de choisir et de couvrir une plage précise et importante de densités de courant pour déterminer, à partir des caractéristiques du bain d'électrodéposition métallique 3, l'efficacité de celui-ci. Dans l'exemple non limitatif, les dix éprouvettes cathodiques 9 peuvent être soumises à des intensités distinctes par exemple de 1 à 10 ampères respectivement, de manière à relever en temps réel le dépôt métallique effectué pour chacune des densités de courant et symbolisé par le revêtement R sur la loupe agrandie A de la figure 2.

[0035] Pour cela, le procédé de l'invention est mis en oeuvre dans une cuve dans des conditions réelles de production avec écoulement avec agitation du bain. Et il consiste à peser les éprouvettes cathodiques individuelles 9 avant leur mise en place sur le porte-éprouvettes 11. Puis, après leur montage de façon suspendue sur le porte-éprouvettes, seules les éprouvettes 9 (avec une partie de leur fil de liaison 13) du dispositif sont immergées dans le bain 3 de la cuve par la descente du porte-éprouvettes, et sont soumises à l'intensité de courant correspondant et souhaitée pour chaque éprouvette, chaque intensité étant lue sur l'ampèremètre 17. On notera que le fait de plonger seulement les éprouvettes dans le bain ajouté à leur forme géométrique régulière (disque mince) contribue à la justesse et à la précision des mesures. Puis, après le dépôt du revêtement métallique R sur chacune des éprouvettes, celles-ci sont sorties du bain par la remontée du porte-éprouvette mobile 11, retirées de celui-ci et de nouveau pesées. Par la différence entre les deux pesées, la masse du métal déposé correspondant au revêtement R (figure 2) est déterminée et connue et, par déduction, l'épaisseur « e » du revêtement R. De même, on peut observer la couleur et l'aspect du dépôt obtenue (terne, brillant, tendu, non tendu,..).

[0036] Le procédé permet ainsi de définir et de pouvoir tracer la courbe d'efficacité du bain d'électrodéposition concerné, c'est-à-dire la vitesse de dépôt (masse déposée) en fonction de la densité de courant appliquée à chaque éprouvette. Des exemples de telles courbes sont montrés sur les figures 4 et 5, l'axe des abscisses représentant l'ampérage (la densité de courant) exprimé en A/dm^2 et l'axe des ordonnées représentant la vitesse de dépôt exprimée en $g/dm^2.h$.

[0037] Les courbes d'efficacité A et B de la figure 4 permettent de mettre en évidence le vieillissement d'un même bain métallique au cours du temps avec la diminution de la vitesse de dépôt qui en découle. Le bain présente, par exemple, les caractéristiques suivantes : pH = 6,5 +/- 0,3 et T° = 65°C +/- 2°C avec agitation standard de production.

[0038] La mise en oeuvre du procédé permet au dispositif 1 de relever, par les éprouvettes 9 immergées dans le bain, les vitesses de dépôt selon les différentes intensités circulant dans celles-ci, et cela sur une plage d'intensités déterminée et souhaitée, au cours d'un même contrôle du bain. Ainsi, lorsque le bain est « neuf », le dispositif délivre, par les éprouvettes (représentées symboliquement par des carrés sur la courbe) et les relevés de mesure qui s'ensuivent, la courbe A de laquelle sera choisie l'ampérage pour obtenir sur les pièces à traiter l'épaisseur de revêtement souhaitée. On remarquera que l'éprouvette 9A soumise à l'intensité de courant associée procure une vitesse de dépôt maximale et cette intensité pourra ainsi être choisie pour les pièces à traiter.

[0039] Après une certaine durée d'utilisation du bain, on effectue un nouveau contrôle de l'efficacité de celui-ci en plongeant dans le bain les éprouvettes individuelles 9 du dispositif conformément au procédé, que l'on soumet aux mêmes intensités qu'initialement pour le bain neuf. Le dispositif délivre alors la courbe B sur laquelle on remarque que, pour les mêmes intensités testées parcourant les éprouvettes (représentées par des cercles), les vitesses de dépôt sont plus faibles, signifiant que la composition du bain a perdu de ses propriétés au fil du temps, par suite du traitement des pièces.

[0040] Ainsi, le contrôle de l'efficacité du bain permet de savoir que les caractéristiques du bain ont changé et de pouvoir modifier et intervenir sur les paramètres concernés pour conserver un revêtement optimal sur les pièces au cours de la vie du bain. On voit ainsi que, sur la courbe B, la vitesse de dépôt est meilleure pour l'éprouvette 9B soumise à une intensité différente de l'éprouvette 9A lorsque le bain est neuf, intensité que l'on pourra choisir pour traiter les pièces.

[0041] Le contrôle d'un bain est ainsi rendu très facile et peut se faire à tout moment de l'utilisation de celui-ci. On rappelle, de plus, que pratiquement seules les éprouvettes en forme de disque sont plongées dans le bain, de sorte que qu'elles n'influent pas sur les résultats des mesures.

[0042] Les courbes d'efficacité C et D de la figure 5 montrent, à titre d'exemple, ce que l'on peut obtenir selon deux bains avec des compositions différentes ayant, respectivement, un pH de 4,2 +/- 0,3 et 6,5 +/- 0,3 et une température de 55°C +/- 2°C et 65°C +/- 2°C avec agitation standard de production.

[0043] Pour la courbe C (par ailleurs proche d'une droite), pour une plage d'intensités relativement étroite entre

les éprouvettes (représentées par des losanges), les vitesses de dépôt obtenues s'étendent sur une plage particulièrement grande, tandis que, pour la courbe D, pour une plage d'intensités relativement large entre les éprouvettes (représentées par des carrés), les vitesses de dépôt sont relativement proches à l'exception des premières éprouvettes soumises à des intensités plus faibles. On choisira l'éprouvette concernée pour obtenir la vitesse de dépôt optimale.

[0044] Cela montre l'importance des courbes d'efficacité obtenues par le dispositif de l'invention pour évaluer chaque bain et pour traiter les pièces de la façon la plus appropriée. Ainsi, en connaissant la composition chimique du bain, sa température, son pH et autres paramètres (agitation, position des pièces,..), et à partir des courbes d'efficacité obtenues par le dispositif 1 pour le bain selon différentes intensités, on sera sûr de la qualité du dépôt effectué sur la ou les pièces à traiter en choisissant, selon les paramètres initiaux de la cuve ou ceux en cours de production, l'intensité la plus favorable pour effectuer le dépôt et obtenir le revêtement approprié. Par exemple, avec une épaisseur du revêtement obtenue en fonction de telle intensité, on peut alors, après démontage du dispositif de contrôle 1 (dans cet exemple avec cuve de production, le porte-éprouvettes 10 et l'unité commandable 11) régler les paramètres de la cuve pour obtenir, sur la pièce ou les pièces à traiter alors plongées dans le bain, l'épaisseur du revêtement choisi correspondant à une intensité donnée.

[0045] Le dispositif de contrôle 1 peut non seulement servir à déterminer l'efficacité d'un nouveau bain, mais également celle d'un bain en cours d'utilisation, de façon à vérifier périodiquement ses caractéristiques et, en fonction des résultats du contrôle d'efficacité, modifier des paramètres du bain pour maintenir les conditions de dépôt sur les pièces et avoir au final des mêmes revêtements, c'est-à-dire des pièces reproductibles à l'identique. Ainsi, le procédé et le dispositif permettent de suivre l'évolution du bain dans le temps jusqu'au moment où ses caractéristiques ne répondent plus aux exigences souhaitées. Par ailleurs, le gain de temps pour effectuer ces contrôles est important comparativement aux dispositifs antérieurs et le gain de temps en production proprement dite l'est également.

[0046] Comme la cuve, dans l'exemple, est une cuve de production relativement grande, des moyens d'agitation 18 du bain sont prévus, tels qu'une pompe ou analogue, de sorte que l'homogénéisation de celui-ci est bien assurée. De la sorte, les éprouvettes pourraient être disposées de façon quelconque dans le bain, au lieu d'être alignées horizontalement, et recevoir un revêtement identique.

Revendications

1. Dispositif pour contrôler l'efficacité d'un bain d'électrodéposition métallique (3) contenu dans une cuve (2) notamment dans les conditions de production de pièces revêtues, du type comportant des électrodes respectivement anodique (5) et cathodique (6) reliées à un générateur de courant électrique (4), ladite électrode cathodique (6) se composant d'une pluralité d'éprouvettes individuelles (9) aptes à être plongées dans ledit bain d'électrodéposition métallique et alimentées par une unité d'alimentation électrique commandable (11), qui est reliée au générateur de courant (4) et comporte des moyens (12) pour régler le courant traversant lesdites éprouvettes cathodiques de manière que dans chacune d'elles circule un courant déterminé,
caractérisé par le fait que les éprouvettes cathodiques individuelles (9) sont suspendues à un porte-éprouvettes (10) mobile, disposé au-dessus du bain métallique (3) de la cuve (2) pour immerger pratiquement seulement les éprouvettes dans ledit bain.

2. Dispositif selon la revendication 1, dont le porte-éprouvettes (10) est mobile verticalement pour la descente et la remontée des éprouvettes par rapport à la cuve, et horizontalement dans le bain de celle-ci.

3. Dispositif selon la revendication 1 ou 2, dont les moyens de réglage du courant (12) de l'unité d'alimentation électrique (11) sont définis, pour chaque éprouvette cathodique (9), par une résistance variable (14) reliée, d'un côté, au générateur de courant et, de l'autre côté, à l'éprouvette cathodique correspondante.

4. Dispositif selon la revendication 3, dont est prévu, entre chaque résistance variable (14) et son éprouvette cathodique correspondante (9), un instrument de mesure du courant (17) passant dans l'éprouvette, sous la forme d'un ampèremètre ou analogue.

5. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dont les éprouvettes cathodiques individuelles (9) sont identiques dimensionnellement et présentent une forme de disque.

6. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dont sont associés à la cuve des moyens d'agitation (18) du bain métallique.

7. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dont sont prévues, pour le bain de la cuve, deux électrodes anodiques (5) sous forme de grilles ou plaques parallèles (7) entre lesquelles sont agencées les éprouvettes cathodiques (9).

8. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 7, dont la disposition des éprouvettes cathodiques individuelles dans ledit bain est quelconque ou alignée dans un même plan horizontal en étant régulièrement espacées les unes des autres

9. Procédé pour contrôler l'efficacité d'un bain d'électrodéposition métallique (3) contenu dans une cuve (2) notamment dans les conditions de production de pièces revêtues,
caractérisé par le fait qu'il utilise le dispositif de contrôle (1) tel que défini selon l'une des revendications précédentes, et **par le fait qu'**il comprend les étapes consistant à :

- peser les éprouvettes cathodiques individuelles (9) avant leur mise en place sur le porte-éprouvettes mobile (10) du dispositif ;
- suspendre les éprouvettes au porte-éprouvettes ;
- immerger les éprouvettes suspendues (9) dans le bain d'électrodéposition ;
- soumettre individuellement les éprouvettes à un courant d'intensité choisie et réglable ;
- après dépôt d'un revêtement métallique sur les éprouvettes, retirer celles-ci du bain par le porte-éprouvettes mobile ; et
- peser les éprouvettes revêtues (9) pour déterminer la masse du revêtement déposé pour chaque éprouvette.

10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel on établit, après la pesée des éprouvettes revêtues (9), des courbes d'efficacité pour chaque bain contrôlé représentatives de la vitesse de dépôt en fonction de la densité de courant dans chaque éprouvette, et on modifie, le cas échéant, selon les courbes d'efficacité obtenues lors du contrôle du bain, au moins l'un des paramètres du bain pour déposer le revêtement sur les pièces dans des conditions de production optimales.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Kontrollieren der Wirksamkeit eines elektrolytischen Metallabscheidungsbads (3), das in einer Wanne (2), insbesondere in Herstellungsbedingungen für beschichtete Teile des Typs enthalten ist, der Anoden- (5) beziehungsweise Kathodenelektroden (6) umfasst, die mit einem Generator (4) für elektrischen Strom verbunden sind, wobei die Kathodenelektrode (6) aus mehreren einzelnen Prüfkörpern (9) besteht, die geeignet sind, in das elektrolytische Metallabscheidungsbad getaucht zu werden und durch eine steuerbare Stromversorgungseinheit (11) mit Strom versorgt zu werden, die mit dem Stromgenerator (4) verbunden ist und Mittel (12) zum Regeln des Stroms umfasst, der die Kathodenprüfkörper durchfließt, derart, dass in jedem davon ein bestimmter Strom fließt,
dadurch gekennzeichnet, dass die einzelnen Kathodenprüfkörper (9) an einem beweglichen Prüfkörperträger (10) aufgehängt sind, der über dem Metallbad (3) der Wanne (2) angeordnet ist, um praktisch lediglich die Prüfkörper in das Bad einzutauchen.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, wobei der Prüfkörperträger (10) vertikal für die Abwärts- und die Aufwärtsbewegung der Prüfkörper in Bezug zur Wanne und horizontal in ihrem Bad beweglich ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Stromregelungsmittel (12) der Stromversorgungseinheit (11) für jeden Kathodenprüfkörper (9) durch einen Regelwiderstand (14) definiert sind, der auf der einen Seite mit dem Stromgenerator und auf der anderen Seite mit dem entsprechenden Kathodenprüfkörper verbunden ist.

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, bei der zwischen jedem Regelwiderstand (14) und seinem entsprechenden Kathodenprüfkörper (9) ein Instrument (17) zum Messen des Stroms, der im Prüfkörper fließt, in der Form eines Amperemeters oder einer entsprechenden Vorrichtung vorgesehen ist.

5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die einzelnen Kathodenprüfkörper (9) identische Abmessungen aufweisen und eine Scheibenform aufweisen.

6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei der Wanne Metallbadbewegungsmittel (18) zugehörig sind.

7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei für das Bad der Wanne zwei Anodenelektroden (5) in der Form von Gittern oder parallelen Platten (7) vorgesehen sind, zwischen denen die Kathodenprüfkörper (9) angeordnet sind.

8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei die Anordnung der einzelnen Kathodenprüfkörper in dem Bad beliebig ist oder in einer selben horizontalen Ebene fluchtet, indem sie in gleichmäßigen Abständen voneinander angeordnet sind.

9. Verfahren zum Kontrollieren der Wirksamkeit eines elektrolytischen Metallabscheidungsbads (3), das in einer Wanne (2), insbesondere in Herstellungsbedingungen von beschichteten Teilen, enthalten ist,
dadurch gekennzeichnet, dass es die Kontrollvorrichtung (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche verwendet und dadurch, dass es die folgenden Schritte umfasst:

- Wiegen der einzelnen Kathodenprüfkörper (9) vor ihrer Unterbringung auf dem beweglichen Prüfkörperträger (10) der Vorrichtung;
- Aufhängen der Prüfkörper an den Prüfkörper-

trägern;
- Eintauchen der aufgehängten Prüfkörper (9) in dem elektrolytischen Abscheidungsbad;
- einzelnes Unterziehen der Prüfkörper einem Strom mit einer gewählten und regelbaren Stärke;
- nach dem Abscheiden einer metallischen Beschichtung auf den Prüfkörpern, Entnehmen derselben aus dem Bad durch den beweglichen Prüfkörperträger; und
- Wiegen der beschichteten Prüfkörper (9) zum Bestimmen der Masse der für jeden Prüfkörper abgeschiedenen Beschichtung.

10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei nach dem Wiegen der beschichteten Prüfkörper (9) Wirksamkeitskurven für jedes kontrollierte Bad erstellt werden, die für die Abscheidungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Stromdichte in jedem Prüfkörper charakteristisch sind und gegebenenfalls mindestens einer der Parameter des Bades gemäß den während der Kontrolle des Bades erhaltenen Wirksamkeitskurven geändert wird, um die Beschichtung auf den Teilen unter optimalen Herstellungsbedingungen abzuscheiden.

Claims

1. A device for testing the efficiency of a metal electroplating bath (3) contained in a tank (2), especially under the conditions for producing plated workpieces, the device comprising electrodes, respectively anodes (5) and cathodes (6), connected to an electrical-current generator (4), said cathode (6) consisting of a number of individual samples (9) able to be submerged in said metal electroplating bath and supplied with power by an electrical power supply (11) that is controllable and connected to the current generator (4) and that comprises means (12) for adjusting the current flowing through said cathode samples so that in each of said samples a given current flows, **characterized in that** the individual cathode samples (9) are suspended from a sample holder (10) placed above the metal bath (3) in the tank (2) so that practically only the samples are submerged in said bath.

2. The device as claimed in claim 1, in which the sample holder (10) can move vertically, so as to lower and raise the samples relative to the tank, and horizontally in the bath of the latter.

3. The device as claimed in either of claims 1 and 2, in which the current-adjusting means (12) of the electrical-power-supply unit (11) are defined, for each cathode sample (9), by a variable resistor (14) connected on one side to the current generator and on the other side to the corresponding cathode sample.

4. The device as claimed in claim 3 in which, between each variable resistor (14) and its corresponding cathode sample (9), an instrument (17) is provided for measuring the current flowing into the sample, the instrument being an ammeter or similar.

5. The device as claimed in any one of claims 1 to 4, in which the individual cathode samples (9) are the same size and disk shaped.

6. The device as claimed in any one of claims 1 to 5, in which means (18) for stirring the metal bath are associated with the tank.

7. The device as claimed in one of claims 1 to 6, in which, for the bath in the tank, two anodes (5) taking the form of parallel grids or plates (7) are provided, between which the cathode samples (9) are arranged.

8. The device as claimed in one of claims 1 to 7, in which the individual cathode samples are arbitrarily arranged in said bath or are aligned and regularly spaced apart from one another in one and the same horizontal plane.

9. A method for testing the efficiency of a metal electroplating bath (3) contained in a tank (2), especially under the conditions for producing plated workpieces,
characterized in that it uses the testing device (1) such as defined in one of the preceding claims, and **in that** it comprises steps consisting in:

- weighing the individual cathode samples (9) before they are placed on the moveable sample holder (10) of the device;
- suspending the samples from the sample holder;
- submerging the suspended samples (9) in the electroplating bath;
- individually subjecting the samples to a chosen, adjustable current;
- removing the samples from the bath using the moveable sample holder once a metal coating has been deposited on said samples; and
- weighing the coated samples (9) so as to determine the weight of the coating deposited on each sample.

10. The method as claimed in claim 9, in which, after the coated samples (9) have been weighed, efficiency graphs are produced for each tested bath, these graphs showing the deposition rate as a function of the current density in each sample, and, if required, the efficiency graphs obtained during testing of the

bath are used to modify at least one of the bath parameters, so as to deposit coatings on workpieces under optimal production conditions.

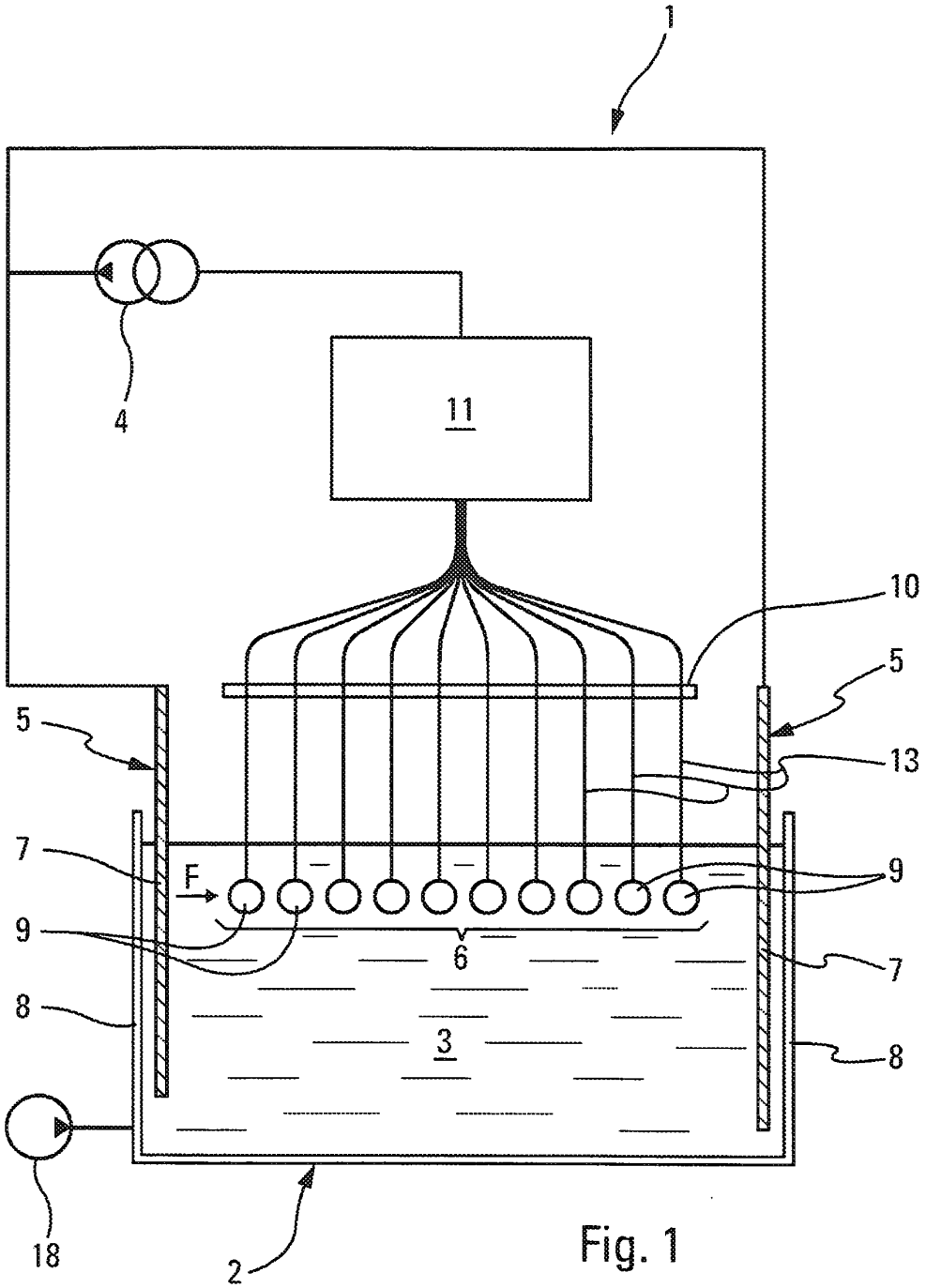


Fig. 1

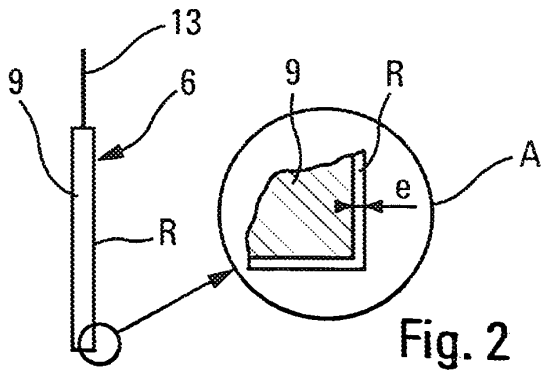


Fig. 2

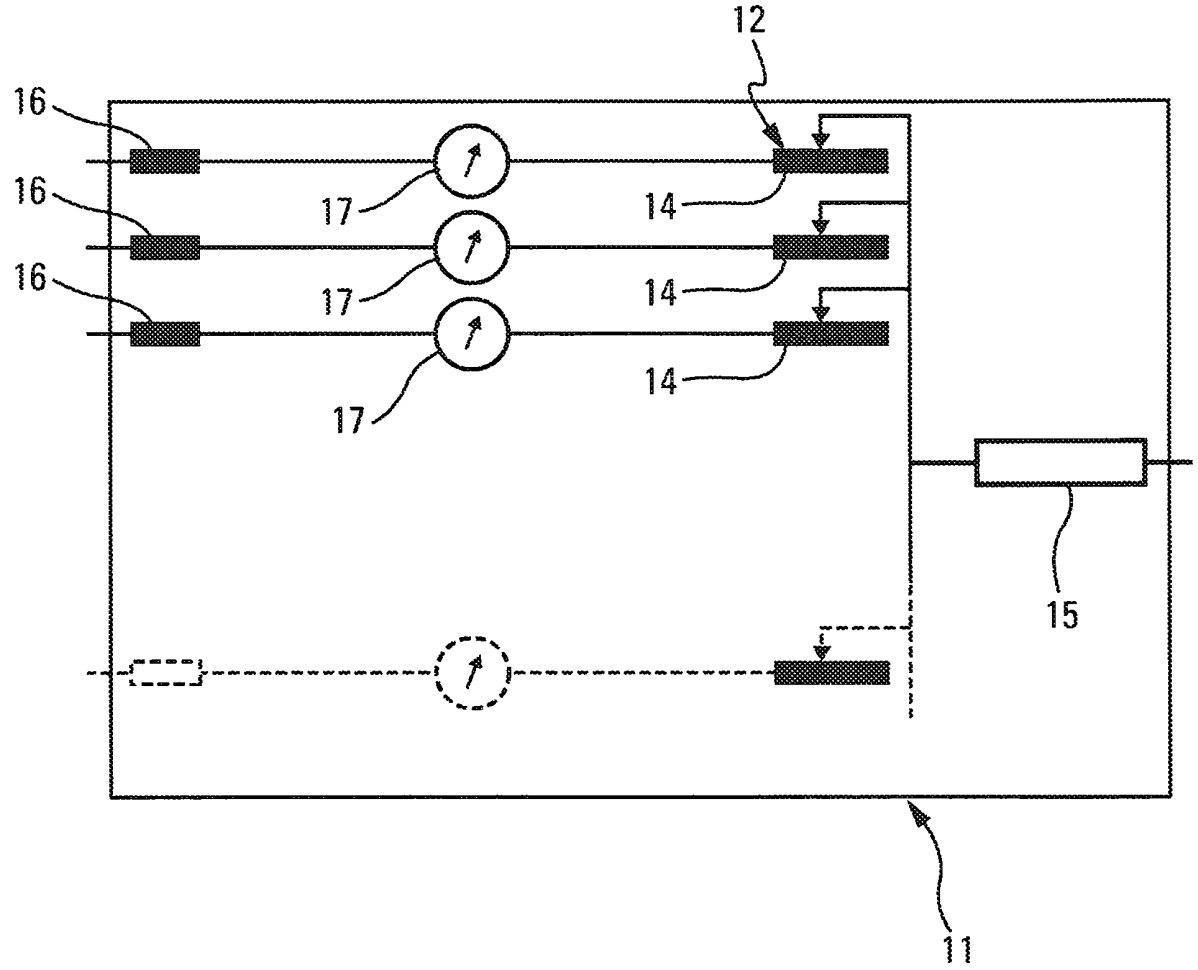


Fig. 3

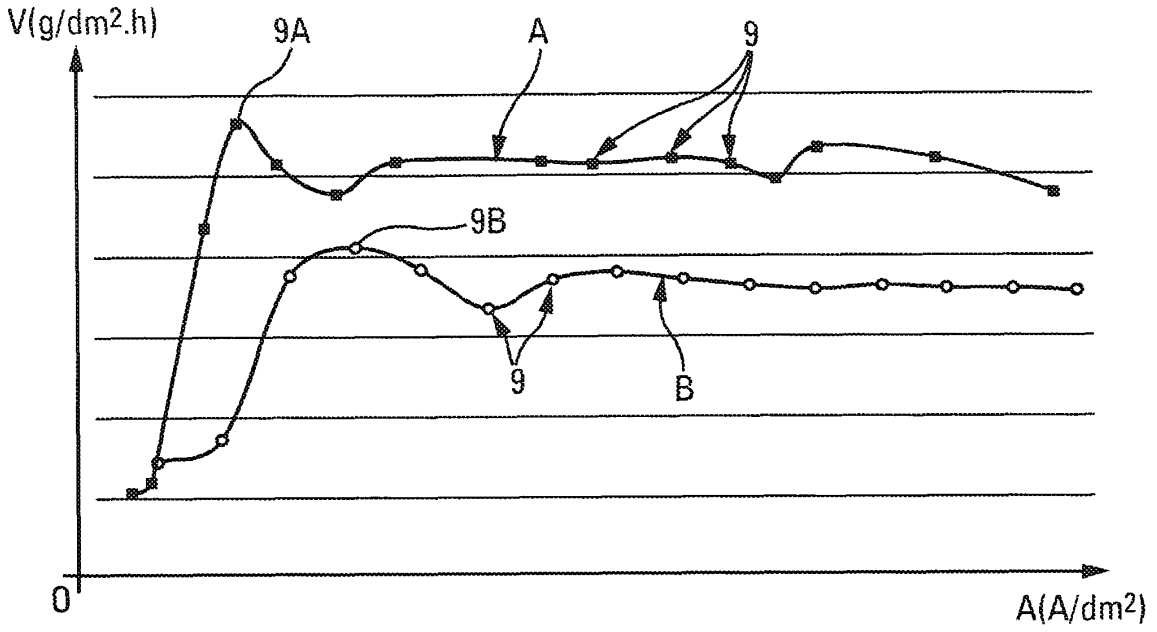


Fig. 4

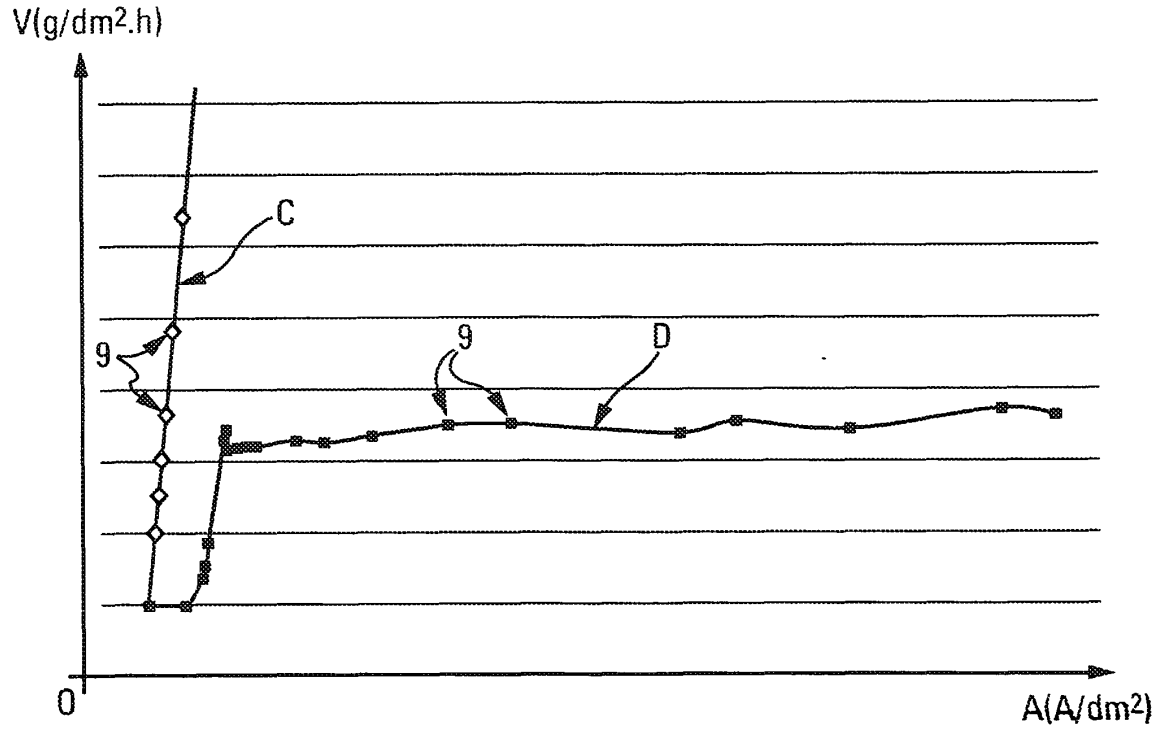


Fig. 5

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- US 2149344 A **[0003]**
- US 20040262152 A **[0007]**