

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①① N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 568 270

②① N° d'enregistrement national :

84 17501

⑤① Int Cl⁴ : C 23 G 1/18.

①②

**DEMANDE DE CERTIFICAT D'ADDITION
À UN BREVET D'INVENTION**

A2

②② Date de dépôt : 16 novembre 1984.

③③ Priorité : DE, 26 juillet 1984, n° P 34 27 543.6.

④③ Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 5 du 31 janvier 1986.

⑥③ Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés : 1^{re} addition au brevet 84 10 464 pris le 2 juillet
1984.

⑦① Demandeur(s) : Société dite : MESSERSCHMITT-BÖL-
KOW-BLOHM GMBH. — DE.

⑦② Inventeur(s) : Christoph Matz.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : Cabinet Bert, de Keravenant et Herrbur-
ger.

⑤④ Procédé de traitement de surface de pièces en titane.

⑤⑦ a. Procédé de traitement de surface de pièces en titane.
b. Caractérisé en ce que le bain alcalin est constitué des
composants suivants :

- un hydroxyde alcalin avec une concentration de 0,5 à 10
mole/l, de préférence 7,5 mole/l;
- un complexant du titane avec une concentration de 0,1
à 1 mole/l, de préférence 0,33 mole/l;
- un chélatant des ions étrangers avec une concentration
de 0,01 à 1 mole/l, de préférence 0,1 mole/l.

c. L'invention concerne un procédé de traitement de surface
de pièces en titane.

FR 2 568 270 - A2

" Procédé de traitement de surface de pièces en titane ".

L'invention concerne un procédé de traitement de surface de pièces en titane ou en alliages de titane, par immersion des pièces dans un bain alcalin.

Les matériaux à base de titane présentent une importance considérable dans de nombreux domaines industriels, par exemple l'aéronautique. La supériorité de ces matériaux sur d'autres tient à leur faible poids spécifique et à leur résistance élevée même à hautes températures. Malgré ces avantages, l'utilisation des matériaux à base de titane pose des problèmes, par suite des inconvénients que constitue leur faible résistance à l'usure et à une forte tendance à la corrosion par fissures dues aux contraintes. Il est donc nécessaire de soumettre les matériaux à base de titane à un traitement préalable, qui permet de réaliser leur usinage et de les utiliser sans efforts défavorables.

Pour le pré-traitement des matériaux à base de titane, on connaît l'utilisation de bains acides ou de bains alcalins. On peut ainsi par exemple enlever de la matière sur des pièces (fraisage chimique) ou préparer des pièces en titane à des traitements subséquents tels que l'application d'un revêtement, la soudure par diffusion ou les liaisons par collage. Dans les bains acides, il s'agit surtout de bains d'acide fluorhydrique, dont l'utilisation est de plus en plus contestée en

raison des dangers qu'elle présente. De plus, l'évacuation des bains d'acide fluorhydrique usés est soumise à des prescriptions très strictes, ce qui rend le traitement préalable trop onéreux.

5 Parmi les procédés alcalins, on connaissait jusqu'ici deux types de bains, à savoir le bain connu sous la marque commerciale "Turco 5578" et un bain constitué d'un mélange d'hydroxyde de sodium et d'eau oxygénée. Le premier bain n'est cependant utilisable que
10 pour des traitements de courte durée, par exemple les traitements avant collage, car si la durée de traitement se prolonge, il se forme une couche indésirable sur le matériau à base de titane. Le deuxième bain alcalin permet d'appliquer des traitements de plus longue durée,
15 mais en raison de l'instabilité de la constitution du bain, il faut prévoir un investissement élevé pour le contrôle et la surveillance.

 L'invention a pour objet de proposer un procédé pour le traitement préalable de pièces en titane
20 ou alliage de titane, dont l'application soit simple, ne pose pas de problèmes et ne nécessite pas un contrôle d'un coût élevé.

 A cet effet, l'invention propose un bain alcalin ayant la composition suivante :

- 25 a) - un hydroxyde alcalin avec une concentration de 0,5 à 10 mol/l de préférence 7,5 mol/l.
b) - un complexant du titane avec une concentration de 0,1 à 1 mol/l de préférence 0,33 mol/l.
c) - un chélatant des ions étrangers avec une concentra-
30 tion de 0,01 à 1 mol/l de préférence 0,067 mol/l.

 Le procédé alcalin selon l'invention assure, grâce à la composition du bain, un décapage élevé sans formation de dépôt et de plus, la surface des pièces traitées est particulièrement appropriée pour le collage
35 de ces pièces, l'application de revêtements pour la pro-

tection de la surface ainsi que pour la soudure par diffusion. Les composants du bain peuvent être additionnés ici de substances structurelles telles que des phosphates, silicates ou borates, de préférence le silicate de sodium dans une concentration de 0,02 mole/l. Ce composant facultatif du bain empêche qu'il se fasse une trop grande dispersion de l'enlèvement par rongage, si les conditions dans lesquelles s'opère ce rongage sont difficiles, par exemple si les pièces sont extrêmement minces ou petites.

Comme hydroxyde alcalin, on peut utiliser de la lessive de soude caustique (NaOH), tandis que comme complexant du titane, on peut employer des acides carboxyliques hydroxylés ou leurs sels, par exemple le tartrate de sodium.

Comme complexant des ions étrangers, on peut utiliser des chélatants de préférence l'acide éthylène diamine tétracétique (EDTA). On a avantage à chauffer le bain alcalin, notamment entre 30 et 110°C.

Des conditions de fonctionnement particulièrement favorables se rencontrent entre 70 et 80°C. La durée d'immersion recommandée est comprise entre 5 et 90 minutes et sera, de préférence, d'environ 30 minutes.

Le procédé selon l'invention est un procédé alcalin, comme on l'a déjà mentionné plusieurs fois, c'est-à-dire qu'il est exempt d'acide fluorhydrique. Il est important en outre que sur les pièces en titane traitées, il ne se forme aucun dépôt et que les surfaces obtenues conviennent très bien pour des collages, des enductions ou des soudures par diffusion.

Le bain selon l'invention peut en outre être utilisé pour l'anodisation de matériaux en titane, ce qui permet d'améliorer encore la qualité des pièces en titane par traitement de surface. Dans un mode opératoire de ce type, il suffit que les composants indiqués en a)

et b) soient présents, tandis que le chélatant des ions étrangers mentionné en c), peut être incorporé facultativement. Cela vaut également pour la substance structurale, dont le mélange est également facultatif. Un bain

5 alcalin anodisé peut fonctionner sous une tension de 3 à 50, de préférence 10 V ; à une température comprise entre la température ambiante et 60°C, de préférence 30°C ; avec une durée de 2 à 90, de préférence 15 minutes, et une densité de courant de 1 A/dm².

RE V E N D I C A T I O N S

1°) Procédé pour le traitement de surface de pièces en titane ou alliages de titane, par immersion des pièces dans un bain alcalin, selon la revendication 1 du brevet principal, caractérisé en ce que le bain alcalin est constitué des composants suivants :

- a) un hydroxyde alcalin avec une concentration de 0,5 à 10 mole/l, de préférence 7,5 mole/l ;
- 10 b) un complexant du titane avec une concentration de 0,1 à 1 mole/l, de préférence 0,33 mole/l ;
- c) un chélatant des ions étrangers avec une concentration de 0,01 à 1 mole/l, de préférence 0,1 mole/l.

2°) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les composants du bain sont additionnés d'une substance structurale telle que les phosphates, silicates ou borates, de préférence le silicate de sodium (Na_2SiO_3) avec une concentration de 0,02 mole/l.

3°) Procédé selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que comme hydroxyde alcalin, on utilise de la lessive de soude caustique (NaOH).

4°) Procédé selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que comme complexant du titane on utilise des acides carboxyliques hydroxylés ou leurs sels, de préférence le tartrate de sodium.

5°) Procédé selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que comme complexant des ions étrangers, on utilise des chélatants et de préférence l'acide éthylène diamine tétracétique (EDTA).

6°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le bain alcalin est chauffé.

7°) Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le bain alcalin est chauffé à une température comprise entre 30 et 110°C, de préférence 75°C.

8°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la durée de traitement est comprise entre 5 et 90 minutes, et qu'elle se monte de préférence à 30 minutes.

5 9°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que le bain alcalin destiné à anodiser des pièces se trouve sous une tension de 3 à 50 V, de préférence 10 V.

10 10°) Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le bain est chauffé simultanément à une température comprise entre la température ambiante et 60°C, de préférence à 30°C.

15 11°) Procédé selon les revendications 9 ou 10, caractérisé en ce que la durée de traitement se situe entre 2 et 90 minutes, et se monte de préférence à 15 minutes.

20 12°) Procédé selon l'une des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que la régulation de tension du procédé d'anodisation est remplacée par un procédé contrôlant la densité de courant, de préférence avec 1 A/dm^2 .