

DESCRIPTION**Titre : PROCEDE DE TRAITEMENT D'UNE PIECE EN ALLIAGE DE FER POUR AMELIORER SA RESISTANCE A LA CORROSION**

5

Domaine technique de l'invention

La présente invention se rapporte à un procédé de traitement d'une pièce en alliage de fer par nitruration et phosphatation pour améliorer sa résistance à la corrosion, ainsi qu'à une pièce en alliage de fer traitée par nitruration et phosphatation.

10 **Arrière-plan technologique**

Dans les applications automobiles, aéronautiques ou industrielles, les pièces mécaniques sont généralement soumises à d'importantes sollicitations en service.

De manière classique, les pièces peuvent recevoir un ou plusieurs traitements permettant d'améliorer certaines de leurs performances, parmi lesquelles les propriétés de frottement, de résistance à l'usure, de résistance à la fatigue, ou encore de tenue à la corrosion.

Parmi ces différents traitements, la nitruration est un choix intéressant. Elle consiste à plonger une pièce en métal ferreux dans un milieu susceptible de céder de l'azote, et la formation de nitrures de fer à la surface de la pièce ainsi que la diffusion de l'azote de la surface vers le cœur de la pièce conduit à un durcissement superficiel important.

La nitruration englobe la nitrocarburation, qui est une variante de la nitruration, dans laquelle du carbone pénètre dans la pièce en plus de l'azote. Le procédé ARCOR, développé par le Demandeur et mis en œuvre par celui-ci depuis de nombreuses années, et décrit dans la suite du présent texte, est un exemple préféré de procédé de nitrocarburation. Dans la suite du présent texte, on regroupe la nitruration et la nitrocarburation sous le seul terme de « nitruration ».

La nitruration peut se faire à partir d'une phase gazeuse, d'une phase plasma, ou à partir d'une phase liquide.

La nitruration en phase liquide, également appelée nitruration en bains de sels fondus, présente l'avantage de permettre un durcissement important sur une épaisseur de plusieurs dizaines de microns en des temps d'à peine quelques heures, ce qui en fait un choix de premier ordre. Les bains de sels fondus sont typiquement
5 à des températures de l'ordre de 600°C, et contiennent en pratique des cyanates et des carbonates, et contiennent également des cations qui sont usuellement des cations de métaux alcalins, tels que le lithium, le sodium, ou encore le potassium par exemple.

La nitruration permet de durcir la surface de la pièce et d'améliorer ainsi sa
10 résistance à l'usure. Elle peut également améliorer les propriétés de glissement et de grippage.

Elle est souvent combinée à un autre traitement, par exemple s'il y a besoin d'une bonne tenue à la corrosion.

La phosphatation est par exemple un tel traitement, permettant d'améliorer les
15 performances des pièces en termes de tenue à la corrosion.

Les performances des pièces ayant subi une phosphatation, quelle que soit leur application, dépendent essentiellement de deux caractéristiques : la cristallinité et la qualité d'adhérence sur un substrat de la couche phosphatée.

D'une façon générale, on cherche donc à obtenir lors de l'étape de phosphatation
20 une cristallisation fine et régulière, conduisant à une couche phosphate la plus dense possible.

Ces deux caractéristiques sont directement dépendantes de la qualité de la préparation de la surface métallique du substrat, avant l'opération proprement dite de phosphatation. L'état physico-chimique de cette surface conditionne en effet sa
25 réactivité vis-à-vis des agents actifs du bain de phosphatation, ainsi que la croissance de la couche des complexes phosphatés.

Il est implicite que les pièces peuvent être lavées, dégraissées et séchées avant les opérations de nitruration et/ou de phosphatation. Ces opérations de routine ne modifient ni la chimie ni la structure des pièces à traiter. Dans certains cas cependant, d'autres opérations de prétraitement sont mises en œuvre.

- 5 Il est ainsi connu de l'homme de l'art que la cristallinité de la couche phosphate peut être améliorée par un prétraitement qui consiste à déposer des composés de titane finement dispersés sur la surface à phosphater. La demanderesse a également démontré dans le brevet EP 0560641 qu'une nitruration en présence d'espèces soufrées permet de faciliter la phosphatation et ainsi garantir une cristallinité fine.
- 10 Cependant, la teneur en espèces soufrées doit être faible (de l'ordre de la dizaine de ppm) et le contrôle et le maintien de la bonne teneur en espèces soufrées augmente la complexité et le coût d'une telle nitruration.

Le coût peut alors devenir prohibitif pour le traitement de matériaux peu chers, par exemple les aciers très faiblement alliés ou les fontes.

- 15 Dans le cas particulier des fontes, la fonte grise est une fonte dans laquelle le carbone cristallise sous forme d'inclusions de graphite, qui peuvent prendre la forme de lamelles longues et étroites de graphite, de nodules (sphéroïdes), ou de vermicules. Ces inclusions, quand elles débouchent à la surface de la pièce, peuvent perturber les traitements de surface et ainsi constituer des points d'amorce
- 20 pour la corrosion. Ainsi, afin d'améliorer la tenue corrosion, il a été proposé de faire un traitement de dégraphitisation avant la nitruration (décrit dans le document WO2016143712). Cependant, un tel pré-traitement augmente encore la durée et le coût global du traitement de la fonte grise.

- La fonte lamellaire, dans laquelle les inclusions sont sous la forme de lamelles,
- 25 présente l'avantage d'être meilleur marché que les autres fontes. La fonte sphéroïdale nécessite l'ajout d'un élément cristallisant (terre-rare, lithium, magnésium) ce qui augmente son coût.

De façon générale, la fonte grise est un matériau assez peu cher, mais plutôt difficile à protéger contre la corrosion.

La fonte grise étant un matériau bon marché, elle est utilisée pour la fabrication de disques de freins de véhicules automobiles. Souvent, les disques de frein ne sont pas traités et présentent une très faible résistance à la corrosion. Lors du freinage, les attaques de corrosion à la surface des disques sont abrasées par les plaquettes, et sont donc supprimées.

Cependant, avec l'émergence des véhicules électriques et de la récupération d'énergie électrique au freinage, les freins mécaniques sont de moins en moins sollicités et les éventuelles attaques de corrosion présentes à la surface des disques ne sont désormais plus supprimées : la corrosion, disgracieuse et néfaste pour la qualité du freinage, se propage sur les disques de frein.

Au surplus, en cas de stockage d'une longue durée du véhicule avant sa vente, la présence de corrosion disgracieuse sur les disques de frein nuit à l'apparence du véhicule et peut empêcher l'acte d'achat.

Il convient donc de proposer des pièces mécaniques, notamment des disques de freins, peu onéreuses, mais résistantes à la corrosion. Dans le cas des disques de frein, la phosphatation seule n'est pas suffisante car au premier freinage la couche phosphatée est enlevée.

20 **Breve description de l'invention**

Face à cette situation, le Demandeur a cherché une solution pour simplifier les procédés de traitement des pièces mécaniques par nitruration puis phosphatation, tout particulièrement au vu de la contrainte de préparation de la surface avant l'opération proprement dite de phosphatation, qui augmente les coûts de production.

Le procédé doit de préférence être adapté au traitement de la fonte grise malgré les contraintes intrinsèques de ce matériau. Cependant, il doit pouvoir être appliqué à toute fonte ou acier faiblement allié, voire en principe à tous les alliages de fer.

- A cette fin, l'invention propose un procédé de traitement d'une pièce en alliage de fer pour améliorer sa résistance à la corrosion et sa tenue mécanique, comprenant :
- une opération de nitruration ou de nitrocarburation en bain de sels fondus, formant sur la pièce une couche de combinaison, puis
 - une opération de phosphatation de la pièce formant une couche de phosphatation en surface de la pièce,
- principalement caractérisé en ce que le bain de sels fondus contient des chlorures, et l'opération de phosphatation est effectuée dans un bain de phosphatation qui contient des ions zinc et/ou des ions manganèse, et des ions fer.

- Le Demandeur s'est aperçu que la réalisation d'une opération de nitruration en présence de chlorures (c'est-à-dire des ions chlorure Cl^- et par extension à des espèces chimiques contenant des ions chlorure telles que des sels de chlore) puis d'une opération de phosphatation au zinc et au fer (de type zinc/fer, Zn/Fe), ou au manganèse et au fer (de type manganèse /fer, Mn/Fe), ou au zinc et au manganèse et au fer (de type zinc/manganèse/fer, Zn/Mn/Fe), permet d'obtenir une pièce présentant des bonnes propriétés de résistance à la corrosion et une bonne tenue mécanique.

- En outre, dans le cas particulier d'une pièce en fonte grise le procédé de l'invention conduit non seulement aux propriétés mécaniques avantageuses susmentionnées, notamment, une tenue mécanique relativement similaire au standard actuel pour les fontes grises, à savoir nitruration puis oxydation en phase gazeuse, mais permet également de s'affranchir d'une dégraphitisation préalable. Pour des applications nécessitant un coefficient de frottement faible, le Zinc peut être remplacé au moins partiellement par du Manganèse.

A l'inverse, dans le cas où l'on souhaite conserver un coefficient de frottement relativement élevé, par exemple pour des disques de frein, alors il convient d'éviter la présence d'ions Manganèse dans le bain de phosphatation.

Le bain de phosphatation comprend donc, en plus des ions phosphate PO_4^{3-} usuels,
5 des ions zinc Zn^{2+} et/ou des ions manganèse Mn^{2+} , ainsi que des ions fer Fe^{2+} .

Comme indiqué précédemment, le procédé de traitement d'une pièce selon l'invention ne comprend pas d'opération de dégraphitisation de la pièce, préalablement à la phosphatation, c'est-à-dire avant la phosphatation ou même avant la nitruration.

10 L'absence de dégraphitisation permet de réduire le temps et les coûts de production, sans toutefois dégrader la qualité de la pièce obtenue, notamment ses bonnes propriétés de dureté, de résistance à l'usure et de tenue à la corrosion.

Le procédé selon l'invention s'applique donc avantageusement, mais non exclusivement, à des pièces en alliage de fer qui nécessitent habituellement une
15 dégraphitisation, notamment des pièces en fonte grise.

Selon d'autres aspects, le procédé de traitement selon l'invention présente les différentes caractéristiques suivantes prises seules ou selon leurs combinaisons techniquement possibles :

- le bain de sels fondus ne contient pas de soufre ;
- 20 - les chlorures comprennent des chlorures de métal alcalin ;
- les chlorures de métal alcalin sont des chlorures de lithium, de sodium et/ou de potassium ;
- le bain de sels fondus comprend des ions cyanates CNO^- , des ions carbonates $(\text{CO}_3)^{2-}$, et des ions alcalins de préférence choisis parmi les ions lithium
- 25 Li^+ , et/ou les ions potassium K^+ , et/ou les ions sodium Na^+ ;
- le bain de sels fondus de nitruration comprend :
 - de 25% à 60% de chlorures de métal alcalin,
 - de 10% à 40% de carbonates de métal alcalin,

- de 20% à 50% de cyanates de métal alcalin,
 - 3% ou moins d'ions cyanures,
- les pourcentages étant exprimés en poids par rapport au poids total du bain;
- la teneur en ions zinc, manganèse et fer dans le bain de phosphatation est
- 5 ajustée de la manière suivante, selon l'alliage de la pièce traitée et les performances attendues :
- lorsque le bain de phosphatation contient des ions zinc mais pas d'ions manganèse, lesdits ions zinc sont présents à une concentration massique comprise entre 1 g/L et 40 g/L (gramme par litre), de préférence entre 5 g/L et 20 g/L, par
- 10 rapport au volume total du bain de phosphatation ;
- lorsque le bain de phosphatation contient des ions manganèse mais pas d'ions zinc, lesdits ions manganèse sont présents à une concentration massique comprise entre 1 g/L et 40 g/L, de préférence entre 5 g/L et 20 g/L, par rapport au volume total du bain de phosphatation ;
- 15 • lorsque le bain de phosphatation contient des ions zinc et des ions manganèse, le total de ces ions est présent à une concentration massique comprise entre 1 g/L et 40 g/L, de préférence entre 5 g/L et 20 g/L. En outre et de manière optionnelle, les ions manganèse peuvent représenter entre 10% et 90% en poids, préférentiellement entre 25% et 75% en poids, et avantageusement entre 40% et
- 20 60% en poids du poids total des ions zinc et des ions manganèse ;
- les ions fer étant dans tous les cas présents dans le bain de phosphatation à une concentration massique comprise entre 1 g/L et 8 g/L, de préférence entre 1 g/L et 6 g/L, et plus préférentiellement entre 1 g/L et 5 g/L ;
 - le bain comprenant éventuellement de l'acide nitrique ou des nitrates ;
- 25 • le reste du bain étant essentiellement constitué d'eau.
- la couche de phosphatation présente une épaisseur comprise entre 3 μm et 40 μm , de préférence entre 5 μm et 30 μm , et encore préférentiellement entre 5 μm et 20 μm ;
- la couche de combinaison mesure entre 5 μm et 40 μm d'épaisseur, et de
- 30 préférence entre 15 μm et 25 μm ;

- la pièce est en fonte grise.

Le procédé de l'invention, dans le cas où le bain de phosphatation ne contient pas d'ions manganèse, s'applique tout particulièrement à un disque de frein.

- L'invention concerne donc également un procédé de traitement d'une pièce en
- 5 fonte grise pour améliorer sa résistance à la corrosion, le procédé étant tel que décrit précédemment.

Un autre objet de l'invention est une pièce en alliage de fer susceptible d'être obtenue par le procédé de traitement décrit précédemment, comprenant :

- une couche de nitruration à la surface de l'alliage de fer, comprenant une couche
- 10 de combinaison contenant des nitrures,
- une couche de phosphatation agencée sur et au contact de la couche de nitruration, comprenant des phosphates métalliques,
- principalement caractérisée en ce que les phosphates métalliques comprennent du zinc et/ou du manganèse, et du fer.

- 15 L'invention se rapporte également à une pièce en fonte grise susceptible d'être obtenue par le procédé de traitement décrit précédemment, comprenant :
- une couche de nitruration à la surface de la fonte grise, comprenant une couche de combinaison contenant des nitrures,
- une couche de phosphatation agencée sur et au contact de la couche de
- 20 nitruration, comprenant des phosphates métalliques,
- principalement caractérisée en ce que les phosphates métalliques comprennent du zinc et/ou du manganèse, et du fer.

- De préférence, la couche de phosphatation de la pièce présente une épaisseur comprise entre 3 μm et 40 μm , de préférence entre 5 μm et 30 μm , et encore
- 25 préférentiellement entre 5 μm et 20 μm .

De préférence, la couche de combinaison présente une épaisseur comprise entre 5 μm et 40 μm , de préférence comprise entre 15 μm et 25 μm .

La pièce présente des inclusions de graphite au niveau d'une surface de la pièce sur laquelle est formée la couche de combinaison, dans la mesure où elle n'a pas subi de dégraphitisation préalable. Ces inclusions de graphite sont situées au moins au niveau d'une surface de la pièce sur laquelle est formée la couche de

5 combinaison.

La pièce est de préférence un disque de frein. Dans ce cas, la phosphatation est une phosphatation zinc-fer. L'invention concerne donc également un disque de frein présentant les caractéristiques de la pièce en fonte grise décrite précédemment.

Description des figures

- 10 D'autres avantages et caractéristiques de l'invention apparaîtront à la lecture de la description suivante donnée à titre d'exemple illustratif et non limitatif, en référence aux figures annexées suivantes :

[Fig. 1] La figure 1 est une micrographie d'une pièce selon un mode de réalisation de l'invention, ladite pièce étant un disque de frein en fonte lamellaire.

- 15 [Fig. 2] La figure 2 est une photographie de la pièce de la figure 1 après traitement de nitruration-phosphatation et avant un test au brouillard salin.

[Fig. 3] La figure 3 est une photographie d'une pièce non conforme à l'invention, ladite pièce étant un disque de frein en fonte lamellaire.

- [Fig. 4] La figure 4 est une micrographie de la pièce de la figure 3 après traitement
- 20 de nitruration-phosphatation et avant un test au brouillard salin.

Description détaillée de modes de réalisation de l'invention

La démarche du Demandeur a été de réaliser plusieurs séries d'essais mettant en œuvre différents traitements d'une pièce (P) en fonte grise.

- La première problématique adressée consiste à trouver un procédé conférant à la
- 25 pièce (P) une résistance à la corrosion suffisante, malgré le fait que le bain de

nituration ne contient pas de soufre et qu'au surplus ladite pièce soit en fonte grise non-dégraphitisée et donc particulièrement difficile à protéger de la corrosion.

Les pièces (P) traitées ont été soumises à un brouillard salin, et leur résistance à la corrosion est évaluée à partir de la durée d'apparition d'un seuil de piqûres et/ou
5 de coulures de rouille.

Ensuite, la seconde problématique a été de valider le bon fonctionnement de la pièce (P) ainsi traitée, selon une utilisation particulière de disque de frein : des mesures comparatives de coefficient de frottement ont donc été menées.

En particulier, le demandeur a étudié les effets des deux opérations suivantes.

- 10 En référence à la micrographie illustrée sur la figure 1, le traitement de nitrocarburation ARCOR (marque déposée par le Demandeur) apporte, de la surface vers le cœur de pièce (P), une couche de combinaison (1) et une zone de diffusion (1') juxtaposées. La couche de combinaison (1) a typiquement une épaisseur comprise entre 5 et 30 μm , et se forme au niveau de la surface du
15 substrat (S) qui compose la pièce (P).

La zone de diffusion (1') a typiquement une épaisseur de quelques dizaines ou centaines de microns, par exemple 300 μm , et se mesure depuis la surface du substrat (S) de la pièce (P), en direction du cœur de ladite pièce.

La nituration a été réalisée en bain de sels fondus.

- 20 La phosphatation apporte, à la surface de la pièce (P), au-dessus de la couche de combinaison (1), une couche de phosphate métallique (2). La couche de phosphate métallique (2) a typiquement une épaisseur d'environ 20 μm .

- Sur la micrographie de la figure 1, une couche supplémentaire (a) est visible : il s'agit d'une couche d'aluminium ne faisant pas partie de la pièce (P), mais déposée
25 en vue de réaliser la coupe nécessaire à la micrographie.

On peut en outre observer les inclusions (G) de graphite, de forme lamellaire, qui débouchent à la surface de la pièce (P).

Une première série d'essais de résistance à la corrosion a été conduite. Les pièces (P) fabriquées à base de fonte grise, puis traitées, sont placées dans une enceinte et
5 soumises à un test au brouillard salin.

L'enceinte est ensuite ouverte toutes les 24h afin de vérifier l'apparition de points de corrosion, qui témoignent d'un début de corrosion localisée. Ces points sont comptés, et si leur nombre est supérieur à un seuil prédéfini, par exemple 50, alors la pièce (P) est considérée comme corrodée et le test s'arrête.

10 Plus la durée est importante avant que le seuil ne soit atteint, plus la pièce est résistante à la corrosion. La résistance à la corrosion minimale est fixée par le Demandeur à une durée supérieure ou égale à 96h.

Le Tableau 1 ci-dessous illustre les essais de corrosion les plus pertinents pour comprendre l'invention :

15 [Table 1]

N°	Prétraitement	Média nitruration	Sel de nitruration	Post-Traitement	Durée avant seuil de corrosion	Résultat
C4	Sans	Liquide	ARCOR V	Oxydation 1	24h	NG
C5	Sans	Liquide	ARCOR L	Sans	24h	NG
C8	Sans	Liquide	ARCOR L	Oxydation 2	24h	NG
C9	Sans	Liquide	ARCOR L	Oxydation 1	48h	NG
C10 = P	Sans	Liquide	ARCOR L	Ph (ZnFe)	>96h	OK
C13	Sans	Liquide	ARCOR L	Ph (ZnCa)	24h	NG
C14	Sans	Liquide	ARCOR L	Ph (Zn)	24h	NG
C16	Sans	Liquide	ARCOR V	Ph (ZnFe)	24h	NG
C17	Sans	Liquide	ARCOR V	Ph (ZnCa)	24h	NG

Une nitruration « ARCOR L » est un procédé de nitrocarburation ferritique avec des températures de traitement pouvant varier entre 530°C et 650°C en fonction de l'acier à traiter et de la spécification demandée. Elle correspond à ce qui est décrit dans le brevet FR2972459. Le bain de nitruration « ARCOR L » contient des ions
5 chlorure.

Une nitruration « ARCOR V » est un procédé de nitrocarburation ferritique avec des températures de traitement pouvant varier entre 500°C et 700°C en fonction de l'acier à traiter et de la spécification demandée. Elle correspond à la partie nitruration qui est décrite dans le brevet FR2812888. Le bain de nitruration
10 « ARCOR V » ne contient pas d'ions chlorure.

Un post-traitement « Oxydation 1 » est un procédé d'oxydation en bain de sels fondus à une température de 450°C.

Un post-traitement « Oxydation 2 » est un procédé d'oxydation en solution aqueuse avec des températures de traitement pouvant varier entre 120°C et 140°C.
15 Les sels sont constitués essentiellement de nitrates, nitrites et carbonates associés à des cations alcalins Na⁺.

Un post-traitement « Ph (ZnFe) » est un procédé de phosphatation avec des températures de traitement pouvant varier entre 60°C et 70°C. Les sels utilisés sont de type (H₂PO₄)₂Me et comprennent des ions Zn²⁺ (Me = Zn). Le Fer est apporté
20 sous forme de poudre de fer.

Un post-traitement « Ph (ZnCa) » est un procédé de phosphatation avec des températures de traitement pouvant varier entre 80°C et 90°C. Les sels utilisés sont de type (H₂PO₄)₂Me et comprennent des ions Zn²⁺ et Ca²⁺ (Me = Zn, Ca).

Un post-traitement « Ph (Zn) » est un procédé de phosphatation avec des
25 températures de traitement pouvant varier entre 60°C et 70°C. Les sels utilisés sont de type (H₂PO₄)₂Me et comprennent uniquement des ions Zn²⁺.

Sur la base des essais de corrosion effectués, il est possible de tirer les conclusions suivantes.

En référence à la photographie de la figure 2, on voit qu'une pièce (P) selon l'invention ne présente aucun point de corrosion (photo prise au bout de 48h de test).

En référence à la photographie de la figure 3, une pièce (C14) ne correspondant pas à l'invention présente, au bout de 48h de test, plus de 50 points de corrosion (pc). Le traitement référencé C14 ne donne donc pas satisfaction.

En référence à la figure 4, une micrographie d'une pièce (C14) a été effectuée après traitement, et avant essai au brouillard salin. On constate que la frontière entre la couche de phosphatation (2) et la couche de combinaison (1) est moins nette que sur les pièces (P) selon l'invention. On peut supposer que le dépôt de la couche de phosphatation (2) ait attaqué la couche de combinaison (1), dans mesure où la phosphatation au Zn seul prélève des ions Fe dans le substrat. Contrairement à des substrats en alliage de fer phosphatés au zinc mais n'ayant pas subis de nitruration, nous observons que la phosphatation au zinc seul sur des pièces nitrurées ne donne pas une bonne protection corrosion. Une hypothèse à cette observation est que la dissolution du fer de la couche de combinaison rend la surface du substrat (S) trop rugueuse ce qui pourrait augmenter la porosité de la couche de phosphate.

Ce phénomène n'est pas observé lorsque le bain de phosphatation comprend des ions Zn^{2+} et des ions Fe^{2+} (essai C10).

De toutes les différentes combinaisons de nitrurations et de phosphatations/oxydations testées sur des pièces (P) n'ayant pas subi de dégraphitisation, seule la combinaison d'une nitruration « ARCOR L » et d'une phosphatation « Ph ((Zn et/ou Mn) + Fe) » permet d'obtenir une résistance à la corrosion suffisante (essai C10).

D'autres essais ont ensuite été menés afin de vérifier que les caractéristiques de la pièce (P) traitée sont compatibles avec une utilisation en tant que disque de frein.

On constate que la présence d'ions Manganèse dans le bain de phosphatation confère à la pièce (P) un coefficient de frottement plus faible, ce qui n'est pas
5 compatible avec une utilisation en tant que disque de frein.

Néanmoins, une pièce (P) n'ayant pas subi de dégraphitisation, et ayant subi une nitruration « ARCOR L » et une phosphatation « Ph (ZnFe) » est tout à fait compatible avec une telle utilisation.

A ce sujet, les performances en frottement d'une telle pièce (P) sont proches de
10 celles de l'art antérieur. Le procédé selon l'invention est donc particulièrement adapté au traitement des disques de frein.

Le procédé selon l'invention est toutefois moins onéreux que les solutions de l'art antérieur, car il permet de s'affranchir de la dégraphitisation. L'étape de nitruration en particulier est peu onéreuse, car les sels de nitruration utilisés (chlorures) sont
15 économiques et leur dosage n'est pas critique.

En d'autres termes, le procédé selon l'invention nécessite uniquement une nitruration et une phosphatation pour modifier la chimie et la structure macroscopique de la pièce (P), et lui conférer ainsi de bonnes propriétés mécaniques, notamment de tenue mécanique, de résistance à usure, et de résistance
20 à la corrosion.

De plus, la nitruration et la phosphatation étant toutes les deux réalisées par bain, il n'y a pas besoin de changer le montage des pièces pour passer d'une étape à l'autre et l'industrialisation est facilitée. En particulier, le temps de réalisation du traitement complet est largement réduit par rapport à une nitruration gazeuse
25 équivalente.

D'autres alliages ferreux peuvent être envisagés pour réaliser la pièce (P), tels que de l'acier ou de la fonte blanche. Toutefois, la fonte grise présente l'intérêt d'être le matériau le moins onéreux.

REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement d'une pièce (P) en alliage de fer pour améliorer sa résistance à la corrosion et sa tenue mécanique, comprenant :
 - 5 - une opération de nitruration ou de nitrocarburation en bain de sels fondus, formant sur la pièce (P) une couche de combinaison (1), puis
 - une opération de phosphatation de la pièce (P) formant une couche de phosphatation (2) en surface de la pièce,
caractérisé en ce que le bain de sels fondus contient des chlorures,
 - 10 et l'opération de phosphatation est effectuée dans un bain de phosphatation contenant des ions zinc et/ou des ions manganèse, et des ions fer.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le bain de sels fondus ne contient pas de soufre.
- 15 3. Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2, dans lequel les chlorures comprennent des chlorures de métal alcalin.
4. Procédé selon la revendication 3, dans lequel les chlorures de métal alcalin
20 sont des chlorures de lithium, de sodium et/ou de potassium.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le bain de sels fondus comprend :
 - de 25% à 60% de chlorures de métal alcalin,
 - 25 - de 10% à 40% de carbonates de métal alcalin,
 - de 20% à 50% de cyanates de métal alcalin,
 - 3% ou moins d'ions cyanures,les pourcentages étant exprimés en poids par rapport au poids total du bain.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel :
- lorsque le bain de phosphatation contient des ions zinc mais pas d'ions manganèse, lesdits ions zinc sont présents à une concentration massique comprise entre 1 g/L et 40 g/L, de préférence entre 5 g/L et 20 g/L, par rapport au volume total du bain de phosphatation ;
 - lorsque le bain de phosphatation contient des ions manganèse mais pas d'ions zinc, lesdits ions manganèse sont présents à une concentration massique comprise entre 1 g/L et 40 g/L, de préférence entre 5 g/L et 20 g/L, par rapport au volume total du bain de phosphatation ;
 - lorsque le bain de phosphatation contient des ions zinc et des ions manganèse, le total de ces ions est présent à une concentration massique comprise entre 1 g/L et 40 g/L, de préférence entre 5 g/L et 20 g/L ;
 - les ions fer étant dans tous les cas présents dans le bain de phosphatation à une concentration massique comprise entre 1 g/L et 8 g/L, de préférence entre 1 g/L et 6 g/L, et plus préférablement entre 1 g/L et 5 g/L.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la couche de phosphatation (2) présente une épaisseur comprise entre 3 μm et 40 μm , de préférence entre 5 μm et 30 μm , et plus préférentiellement entre 5 μm et 20 μm .
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la couche de combinaison (1) présente une épaisseur comprise entre 5 μm et 40 μm , de préférence entre 15 μm et 25 μm .
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la pièce (P) est en fonte grise.

10. Pièce (P) en fonte grise susceptible d'être obtenue par le procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant :
- une couche de nitruration en contact avec la fonte grise, comprenant une couche de combinaison (1) contenant des nitrures,
 - 5 - une couche de phosphatation (2) agencée sur et au contact de la couche de combinaison (1), comprenant des phosphates métalliques,
caractérisée en ce que les phosphates métalliques comprennent du zinc et/ou du manganèse, et du fer.
- 10 11. Pièce (P) selon la revendication 10, dans laquelle la couche de phosphatation (2) présente une épaisseur comprise entre 3 μm et 40 μm , de préférence entre 5 μm et 30 μm , et plus préférentiellement entre 5 μm et 20 μm .
12. Pièce (P) selon la revendication 10 ou la revendication 11, ladite pièce (P)
- 15 présentant des inclusions de graphite (G) au niveau d'une surface de la pièce (P) sur laquelle est formée la couche de combinaison (1).
13. Pièce (P) selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, ladite pièce étant un disque de frein.