EMPREGO DE CAMADAS DE FOSFATO DE ZINCO PARA A CONFORMAÇÃO MECÂNICA: DA ESCALA DE LABORATÓRIO ATÉ A APLICAÇÃO INDUSTRIAL¹

Edwilson Leite² Antenor Ferreira Filho³ Célia A. L. dos Santos⁴ Zehbour Panossian⁴ Maria Cristina M. Farias⁵ Amilton Sinatora⁵

Resumo

A aplicação de camadas fosfatizadas sobre o aço é uma importante etapa do processo de conformação mecânica. O objetivo deste trabalho foi o de aperfeiçoar a produção de fosfato de zinco tradicional e de diversificar a linha de atuação com a produção de fosfato de zinco modificado. Foi desenvolvido um estudo comparandose o desempenho de camadas fosfatizadas tradicional e modificada, sem e com lubrificação, no que se refere à resistência à corrosão (exposição à névoa salina) e ao comportamento tribológico (resistência ao engripamento e coeficiente de atrito). **Palavras-chave**: Conformação mecânica; Fosfato de zinco tradicional; Fosfato de zinco modificado; Comportamento tribológico.

THE USE OF PHOSPHATED ZINC LAYERS FOR THE MECHANICAL CONFORMATION: FROM LABORATORY SCALE TO INDUSTRIAL APPLICATION

Abstract

The application of phosphated layers on steel is an important stage of the mechanical conformation process. The aim of this work was to perfect the traditional zinc phosphate layer production and to diversify the line production with modified zinc phosphate layer. It was developed a study with the traditional and modified phosphated layers comparing itself performances with and without lubrication as for the corrosion resistance (salt spray chamber) and the tribological behavior (seizure resistance and friction coefficient).

Key words: mechanical conformation; traditional zinc phosphated layer; modified zinc phosphated layer; tribological behavior.

² Mestre em Tecnologia Ambiental. Brasmetal Waelzholz.

¹ Contribuição técnica ao 46° Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 27 a 30 de outubro de 2009, Santos, SP.

³ Doutor em Engenharia. Brasmetal Waelzholz.

⁴ Doutora em Ciências. Lab. Corrosão e Proteção/LCP – IPT.

⁵ Doutor em Engenharia. Laboratório de Fenômenos de Superfície/LFS – EPUSP.

1 INTRODUÇÃO

O uso de camadas fosfatizadas nas operações de conformação já era conhecido desde 1934 por Singer,^(1,2) Durante a Segunda Guerra Mundial, a fosfatização foi muito utilizada na Alemanha nas operações de conformação de metais ferrosos, particularmente, para produção de munições.

A conformação mecânica engloba muitos processos, como: trefilação de fios, extrusão de tubos, conformação a frio, estampagem, conformação a frio de cabeças de elementos de fixação. Todas estas operações requerem uma boa lubrificação da superfície a ser deformada, o que se consegue por meio da aplicação de um tratamento de conversão, visto que estas camadas aumentam a capacidade de retenção dos lubrificantes.^(2,3)

As camadas fosfatizadas destinadas à conformação mecânica recebem lubrificantes para melhorar o seu desempenho. Óleos, graxas e sabões, podem ser utilizados como lubrificantes. O estearato de sódio (sabão) é largamente utilizado como lubrificante que resiste a elevadas pressões.⁽⁴⁾ Ele reage com a camada fosfatizada formando o estearato de zinco. É consenso na literatura de que o desempenho do estearato é superior aos lubrificantes mais comuns, no que diz respeito ao desgaste de ferramentas.⁽⁵⁾

O presente trabalho teve por objetivo estudar camadas de fosfato de zinco tradicional e modificada, sem e com a adição de lubrificantes no que se refere à resistência à corrosão (exposição à névoa salina) e ao comportamento tribológico (durabilidade da camada e coeficiente de atrito), com vistas à estampagem de chapas fosfatizadas e lubrificadas.

O trabalho foi dividido em duas etapas: na primeira, foram produzidas, em escala de laboratório, camadas fosfatizadas pelo processo tradicional, pelo processo tradicional com acelerador orgânico e pelo processo modificado; na segunda, foram produzidos lotes piloto de fosfato de zinco tradicional e de fosfato modificado, na linha industrial.

Para ambas as etapas, as camadas obtidas foram caracterizadas por meio da determinação do tamanho de grão (microscopia eletrônica de varredura), da massa de fosfato por unidade de área, da massa de sabão por unidade de área e por ensaios tribológicos (esfera sobre disco).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O processo de fosfatização, em escala de laboratório, foi estabelecido com a montagem dos banhos em uma linha adaptada para o processo de fosfatização nãocontínuo.

Os diferentes banhos, os procedimentos de preparo e os métodos de controle foram realizados pela parceria Lab. Corrosão e Proteção/LCP – IPT, Laboratório de Fenômenos de Superfície/LFS – EPUSP e a empresa Brasmetal Waelzholz S. A. Ind. e Com.

Chapas de aço baixo e alto carbono foram empregadas como substratos, com dimensões de 150 mm x 100 mm x 1,15 mm (baixo carbono) e de 150 mm x 100 mm x 1,63 mm (alto carbono). Estas foram lixadas lateralmente para arredondamento dos cantos e foram feitos furos de 6,0 mm de diâmetro, localizados a 10 mm de uma das bordas menores das chapas, para a suspensão das mesmas durante o processo de fosfatização.

Para os ensaios tribológicos, foram utilizados discos com diâmetro de 63 mm, obtidos mediante corte a *laser*, e com dois furos para fixação. Estes discos foram obtidos a partir das mesmas chapas citadas anteriormente.

As chapas e os discos foram encaixados em um suporte para a sua imersão nos banhos do processo de fosfatização. Todas as chapas e todos os discos foram limpos com algodão embebido em acetona e secos com ar quente, antes de serem introduzidos no processo de fosfatização.

As chapas e os discos de aço baixo e alto carbono relaminados foram submetidos aos seguintes estágios do processo de fosfatização:

desengraxe: para remoção de resíduos de óleos ou graxas;

enxágue: com água da rede de abastecimento;

ativação: para remoção de produtos de oxidação, banho a base de ácido sulfúrico; *enxágue:* com água da rede de abastecimento;

refinamento de grão (refinador): para obtenção de camadas fosfatizadas com cristais uniformes;

fosfatização: para formação da camada de fosfato, banho a base de ácido fosfórico e fosfato de zinco;

neutralização: para neutralizar as camadas obtidas, visto que o banho de fosfatização é acido;

sabão: banho de estearato de sódio.

As chapas fosfatizadas foram caracterizadas pela observação em microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelos JEOL JSM 6300 e JEOL JSM 5200. As determinações das massas de sabão e de fosfato foram feitas por meio das diferenças de massas mensuradas antes e após a retirada das camadas de fosfato e de sabão. Para a verificação do desempenho frente à corrosão, as camadas fosfatizadas estudadas, sem pós-tratamento, foram expostas à câmara de névoa salina.

Os ensaios tribológicos foram realizados nos tribômetros modelos TE 67 e TE 79, os quais possuíam dispositivos para ensaios com movimento rotativo. O tipo de contato utilizado foi o de esfera-sobre-disco, de acordo com a Figura 1. Estes ensaios permitiram a determinação da durabilidade das camadas e, também, do coeficiente de atrito das mesmas.



Figura 1 - Representação esquemática do tipo de contato esfera-sobre-disco.

No dispositivo apresentado na Figura 1, utilizou-se o sistema pneumático de aplicação da carga normal sobre a esfera. A carga normal e a rotação do disco foram monitoradas e controladas mediante os respectivos sensores. Como corposde-prova, foram utilizados discos fosfatizados de aço baixo e alto carbono (já descritos anteriormente) e, como contra-corpo, esferas de aço para rolamento AISI 52100.

3 RESULTADOS

3.1 Escala de Laboratório

Apresentam-se, na Figura 2, as imagens de MEV para as condições estudadas.



Figura 2 - Imagens de MEV para os processos tradicional, com acelerador orgânico e modificado sobre aço baixo e alto carbono.

Pode-se observar, na Figura 2, que a para as três condições estudadas houve a formação de camadas fosfatizadas uniformes e homogêneas. Para o processo tradicional, os cristais obtidos sobre o aço alto carbono foram maiores do que os obtidos sobre o aço baixo carbono. Para o processo tradicional com acelerados orgânico o tamanho dos cristais foi semelhante sobre ambos os substratos. O mesmo comportamento pode ser observado para o processo modificado, sendo que, para este último, os cristais foram os menores dentre os três processos estudados.

Apresentam-se, na Tabela 1, os valores dos comprimentos dos cristais de fosfato para os processos estudados.

Tabela 1 – Comprimento dos cristais de fosfato para os três processos estudados

Brocosso/Substrato	Comprimento (µm)		
	Média	Desvio padrão	
Tradicional/Aço baixo carbono	14,5	1,6	
Tradicional/Aço alto carbono	42,5	3,0	
Acelerador Orgânico/Aço baixo carbono	37,8	4,0	
Acelerador Orgânico/Aço alto carbono	41,3	3,1	
Modificado/Aço baixo carbono	7,6	1,1	
Modificado/Aço alto carbono	8,8	1,3	

As medidas apresentadas, na Tabela 1, mostram, claramente, que o processo modificado produziu os menores cristais de fosfato com tamanhos em torno de $8,0 \ \mu m$.

Os valores de massa das camadas fosfatizadas por unidade de área, para os processos estudados, encontram-se apresentados na Tabela 2.

Processo	Substrato	Massa por unidade de área (g.m ⁻²)		
Flocesso	Substrato	Média	Desvio padrão	
Tradicional	Aço baixo carbono	3,06	0,20	
Tradicional	Aço alto carbono	3,59	0,21	
Acolorador orgânico	Aço baixo carbono	3,00	0,15	
Acelerador organico	Aço alto carbono	2,90	0,26	
Modificado	Aço baixo carbono	2,45	0,21	
	Aço alto carbono	2,76	0,20	

Tabela 2 – Valores de massa de fosfato por unidade de área para as camadas fosfatizadas estudadas obtidas sobre os aços baixo e alto carbono

Os valores de massa por unidade de área para o processo tradicional sobre aço alto carbono foi maior quando comparado ao obtido sobre aço baixo carbono. Conforme foi visto pelas imagens por MEV, os cristais obtidos sobre aço alto carbono apresentaram-se maiores, assim, os valores de massa por unidade de área para esta condição deveriam ser mais elevados, como ocorreu de fato.

Para o processo com acelerador orgânico, o valor de massa por unidade de área sobre aço baixo carbono foi, ligeiramente, superior ao aço alto carbono, entretanto, os valores sobre ambos os aços encontram-se dentro do desvio experimental.

Para o processo modificado, os valores de massa por unidade de área sobre aço alto carbono foi, ligeiramente, superior ao aço baixo carbono, entretanto, cabe ressaltar também para esta condição, que os valores obtidos encontram-se dentro do desvio experimental, sendo que estes foram os menores valores dentre os processos estudados.

Na Tabela 3, são apresentados os valores de massa de estearato de sódio (ENa) retido por unidade de área para os processos tradicional, com acelerador orgânico e modificado, sobre os aços baixo e alto carbono.

Processo	Substrato	Massa de ENa retida por unidade de área (g.m ⁻²)		
		Média	Desvio padrão	
Tradicional	Aço baixo carbono	0,56	0,06	
	Aço alto carbono	0,60	0,09	
Acelerador orgânico	Aço baixo carbono	0,39	0,06	
	Aço alto carbono	0,45	0,02	
Modificado	Aço baixo carbono	0,48	0,03	
	Aço alto carbono	0,43	0,03	

Tabela 3 – Valores de massa de estearato de sódio (ENa) retido por unidade de área para as camadas estudadas sobre os aços baixo e alto carbono

Na Tabela 3, pode-se observar que os valores de massa de ENa retido para o processo tradicional, sobre ambos os aços, foi maior dentre os três processos de fosfatização estudados. Para o processo com acelerador orgânico e modificado, os valores de massa de ENa retido foram muito semelhantes.

Após a extração do estearato de sódio retido fez-se a extração do estearato de zinco (EZn) formado.

Na Tabela 4, são apresentados os valores de massa de EZn formado por unidade de área para os processos estudados sobre os aços baixo e alto carbono.

Processo	Substrato	Massa de EZn formada por unidade de área (g.m ⁻²)		
		Média	Desvio padrão	
Tradicional	Aço baixo carbono	0,51	0,02	
Tradicional	Aço alto carbono	0,41	0,07	
Applereder orgânice	Aço baixo carbono	0,40	0,01	
Acelerador organico	Aço alto carbono	0,47	0,06	
Modificado	Aço baixo carbono	0,37	0,03	
	Aço alto carbono	0,38	0,09	

Tabela 4 – Valores de massa de estearato de zinco (EZn) formada por unidade de área para as camadas estudadas sobre os aços baixo e alto carbono

Observando os valores de massa de EZn apresentados na **Tabela 4**, pode-se verificar que:

- o maior valor de EZn foi obtido para o processo tradicional sobre o aço baixo carbono;
- no processo modificado, sobre ambos os aços, os valores de EZn foram muito semelhantes entre si, e também, os menores dentre os três processos estudados.

Na Figura 3, estão apresentadas as porcentagens das áreas corroídas para os ensaios de exposição à névoa salina para os processos estudados. Os tempos de exposição foram os seguintes 0,5 h; 1,0 h e 2,0 h.



Figura 3 – Porcentagem de área corroída para os ensaios de exposição à névoa salina para os três processos de fosfatização (sem pós-tratamento) sobre os aços baixo (BC) e alto (AC) carbono. Tempo de exposição de 0,5 h; 1,0 h e 2,0 h.

Para os processos tradicional e com acelerador orgânico, observa-se, na Figura 3, a ocorrência de grandes áreas recobertas com produtos de corrosão, principalmente para o tempo de exposição de 2,0 h. Para o processo modificado, o desempenho frente aos ensaios de exposição à névoa salina foi bom, pois, não ocorreram áreas corroídas para as camadas sobre aço baixo e alto carbono, para o tempo de exposição de 0,5 h. Para o tempo de exposição de 1,0 h a porcentagem de área corroída foi cerca de 2,0 % (aço baixo carbono) e 10,0 % (aço alto carbono). Para o tempo de exposição de 2,0 h, a porcentagem de área corroída foi de 10,0 % (aço baixo carbono) e 20 %.

Na Tabela 5, apresentam-se os valores do coeficiente de atrito (μ) médio obtidos a partir dos ensaios tribológicos, correspondente aos ensaios sem lubrificação, ou seja, sem a aplicação do sabão e com lubrificação (com a aplicação de sabão sobre as camadas de fosfato).

Variávois do onsaio		Coeficiente de atrito médio (µ)				
Vallavel	s de elisaio	Baixo c	arbono	Alto carbono		
Tipo de Fosfato	Sabão	Média Desvio padrão		Média	Desvio padrão	
Tradicional	Sem sabão	0,440	0,022	0,418	0,025	
Tradicional	ENa	0,108	0,010	0,108	0,005	
Acelerador	Sem sabão	0,317	0,040	0,387	0,040	
Orgânico	ENa	0,118	0,010	0,120	0,000	
Madifiaada	Sem sabão	0,235	0,031	0,223	0,023	
wouncado	ENa	0,087	0,012	0,087	0,012	

 Tabela 5 – Coeficiente de atrito médio e desvio padrão das camadas fosfatizadas estudadas

Para cada tipo de fosfato estudado, o comportamento do coeficiente de atrito (μ) não sofreu influência do tipo de aço empregado como substrato (Tabela 5).

Para todos os três fosfatos ensaiados, observa-se que a adição de sabão acarretou uma sensível diminuição dos valores de µ.

O fosfato modificado, seja sobre aço baixo carbono, seja sobre o aço alto carbono, apresentou os menores coeficientes de atrito.

Foi determinado o número de rotações (n_s) a partir do qual se inicia um período de instabilidade e subsequente ruptura da camada de lubrificante (o que provoca o engripamento das superfícies). O valor de n_s representa a resistência ao engripamento, ou seja, a durabilidade das camadas lubrificantes durante o deslizamento da esfera sobre o disco ensaiado.

Na Tabela 6, apresentam-se os valores médios da resistência ao engripamento (n_s) e o desvio padrão, correspondentes aos ensaios lubrificados.

					_	_		
Tahola 6 -	Valores	médios (da resistênci	a ao enari	namento das	camadas	foefatizadae	echebutea
	v aloi 03	meanos (a ao chyn	pamento das	camadas	Iosializadas	Coluciación

Variávois do onsaio		Resistência ao engripamento (n _s)					
variaveis de ensaio		Baixo carbono		Alto carbono			
Tipo de Fosfato	Sabão	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão		
Tradicional	ENa	2228	420	2103	170		
Acelerador Orgânico	ENa	2563	280	3583	270		
Modificado	ENa	2968	170	3507	400		

Observa-se, na Tabela 6, que as camadas que apresentaram maior durabilidade foram as do processo com acelerador orgânico e do processo modificado.

3.2 Escala Piloto Industrial

Foram produzidos, ao todo, oito lotes piloto. Os quatro primeiros lotes piloto tiveram o caráter exploratório, pois, vários ajustes dos processos foram adequados e não serão abordados neste trabalho. O quinto lote piloto produzido foi de fosfato tradicional e o sexto, sétimo e oitavo lotes foram de fosfato modificado.

Cabe ressaltar que os lotes piloto foram produzidos empregando-se aço baixo carbono como substrato e o processo escolhido foi o modificado. Este processo apresentou a maior resistência à corrosão e o menor valor de μ durante a etapa dos estudos em laboratório. Um lote piloto industrial do processo tradicional foi produzido para efeito de comparação.

As camadas fosfatizadas, produzidas em escala piloto pela empresa parceira, foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura, utilizando-se o microscópio JEOL JSM 5200 e estão apresentadas na Figura 4.



Figura 4 – Imagens de MEV das camadas fosfatizadas produzidas em escala piloto.

As camadas fosfatizadas processadas em escala piloto apresentaram a formação de cristais uniformes. O lote piloto sete apresentou o maior tamanho de cristal, enquanto que o lote oito apresentou o menor valor, conforme a Tabela 7.

Lote Piloto	Tamanho do Cristal (μm)	Desvio (μm)
5 (Tradicional)	6,0	1,3
6 (Modificado)	9,0	2,2
7 (Modificado)	20,0	2,7
8 (modificado)	3,1	0,3

Tabela 7 – Tamanho dos cristais de fosfato dos lotes piloto

Os valores massa por unidade de área para as camadas de fosfato de zinco, estearato de sódio (ENa) e estearato de zinco (EZn) dos lotes piloto estão apresentadas na Tabela 8.

Tabela 8 – Massa por unidade de área para as camadas de fosfato de zinco, estearato de sódio (ENa) e estearato de zinco (EZn)

Lote Piloto	Camada de fosfato (g.m ⁻ 2)	Camada de ENa (g.m ⁻ ²)	Camada de EZn (g.m ⁻ ²)
Lote 5 (Tradicional)	2,10	0,35	0,36
Lote 6 (Modificado)	2,10	0,17	0,10
Lote 7 (Modificado)	1,88	0,25	0,17
Lote 8 (Modificado)	1,45	0,14	0,17

Os lotes piloto, em geral, apresentaram valores de massa de fosfato, de ENa e de EZn inferiores aos observados para as camadas produzidas em laboratório.

Na Tabela 9, apresentam-se os valores do coeficiente de atrito (μ) médio obtidos a partir dos ensaios tribológicos, para os lotes piloto lubrificados com sabão e com óleo com características anticorrosivas. Verificou-se, em ensaios realizados e não descritos neste trabalho, que este óleo anticorrosivo não apresentou influência sobre os resultados dos ensaios tribológicos. A sua utilização foi para evitar a corrosão dos corpos-de-prova durante o transporte e armazenamento dos mesmos.

Loto			Coeficier	nte de atrito
Piloto	Substrato	Fosfato	Média	Desvio padrão
5	BC	Tradicional	0,062	0,005
6	BC	Modificado	0,071	0,003
7	BC	Modificado	0,064	0,004
8	BC	Modificado	0,065	0,004

 Tabela 9 – Coeficiente de atrito para os lotes piloto de 5 a 8

Observa-se, na Tabela 9, que os valores do coeficiente de atrito dos ensaios piloto mantiveram-se abaixo do menor valor obtido para o fosfato modificado (μ = 0,087) produzido em escala de laboratório.

Na Tabela 10, apresentam-se os valores de resistência ao engripamento para os lotes pilotos estudados.

Lote Piloto	Substrato	Fosfato	Resistência ao engripamento (n _s)		
			Média	Desvio padrão	
5	BC	Tradicional	184	14	
6	BC	Modificado	186	60	
7	BC	Modificado	158	22	
8	BC	Modificado	162	30	

Tabela 10 – Resistência ao engripamento para os lotes piloto de 5 a 8

Como já foi dito anteriormente, a resistência ao engripamento representa a durabilidade da camada fosfatizada. Assim, como pode ser visto na Tabela 10, os valores de n_s foram bem menores que os observados para os lotes produzidos em laboratório.

4 DISCUSSÃO

As camadas obtidas em escala de laboratório apresentaram:

- uma grande diferença entre os cristais obtidos pelo processo modificado e os obtidos pelos processos tradicional e com acelerador orgânico: os primeiros são menores em relação aos demais;
- a massa de fosfato por unidade de área variou de 2,5 g.m⁻² a 3,6 g.m⁻² para os três processos estudados. Os valores inferiores foram obtidos pelo processo modificado (2,45 g.m⁻² para o baixo carbono e 2,75 g.m⁻² para o alto carbono) e os superiores pelo processo tradicional sobre aço alto carbono (3,59 g.m⁻²). A menor massa obtida pelo processo modificado reforça a análise da maior nucleação para este sistema, pois, quanto maior o número de núcleos formados maior o número de cristais formados, menores são os cristais e mais rapidamente a camada de fosfato se forma, com redução da massa por unidade de área ⁽⁶⁾;
- os processos tradicional e com acelerador orgânico produziram camadas que retiveram quantidades semelhantes de estearato de sódio e, também, de estearato de zinco formado (entre 0,41 g.m⁻² e 0,60 g.m⁻²). O fosfato modificado reteve menos estearato de sódio (entre 0,43 g.m⁻² e 0,48 g.m⁻²) e, também, houve menor formação de estearato de zinco (0,38 g.m⁻²). Uma hipótese para explicar este comportamento pode ser a que relaciona o tamanho do cristal com a retenção de sabão. Os cristais maiores apresentam plaquetas maiores que se encontram distribuídas ora paralelas ora perpendiculares ao substrato. As plaquetas paralelas atuam como reservatórios para a armazenagem de sabão ⁽⁶⁾. Assim, com base nesta afirmação, realmente seria de se esperar que as camadas produzidas pelos processos tradicional e com acelerador orgânico retivessem maior quantidade de sabão do que as camadas de fosfato modificado;
- os ensaios de névoa salina para as camadas sem pós-tratamento mostraram o melhor desempenho do fosfato modificado;
- o coeficiente de atrito diminui com a adição de sabão (μ mínimo entre 0,12 e 0,087) para as três condições estudadas. Os fosfatos de zinco com acelerador orgânico e o tradicional, lubrificados com estearato de sódio, apresentaram a maior resistência ao engripamento.

As camadas produzidas em escala piloto industrial apresentaram valores de coeficiente de atrito inferiores aos lotes de laboratório e foram semelhantes entre os lotes piloto estudados, sendo que a resistência ao engripamento (n_s) , ou, durabilidade da camada, dos lotes piloto foi inferior aos lotes de laboratório.

As quantidades de massa de fosfato e massa de sabão foram inferiores para os lotes piloto. Este fato levou à diminuição da resistência ao engripamento fazendo com que as camadas de fosfato dos lotes piloto sofressem desgaste em períodos inferiores ao observado para os lotes produzidos em laboratório.

5 CONCLUSÕES

As camadas de fosfato de zinco modificadas apresentaram os menores valores de μ em escala de laboratório e, também, o melhor desempenho frente à corrosão. Em escala piloto industrial, foi possível diminuir os valores de μ tanto para as camadas obtidas pelo processo tradicional como para as obtidas pelo processo modificado.

A durabilidade das camadas em escala piloto industrial foi menor comparando-se com os valores obtidos em escala de laboratório, porém, como estas camadas mostraram-se promissoras devido aos baixos valores de μ alcançados, acredita-se que elas terão boa aplicabilidade prática assim que forem produzidas com quantidades maiores de massa de fosfato e massa de sabão.

REFERÊNCIAS

- 1 JAMES, D. Phosphate coating and lubrification steel for cold extrusion. Sheet Metal Industries Special conference, p. 171-189, 207, March, 1961.
- 2 RAUSCH, W. **The phosphating of metals**. 1st ed. Great Britain : Redwood Press, 1990, 416p.
- 3 BHÚSHAN, B.; GUPTA, B. K. **Handbook of Tribology**. 1st ed. United States of America. p. 10.42, 1997.
- 4 DORINSON, A; LUDEMA, K. C. Mechanics and chemistry in lubrication. 1st ed. Amsterdam : Elsevier. p. 276, 1985.
- 5 P. HIVART, J. BRICOUT, J. OUDIN. Newreal-time test for prediction of zinc phosphate stearate coatings breakdown: optimal stearate settlings parameters for steel billets in cold forging, **Tribology International**, v. 25, n. 1, p. 45–51, 1992.
- 6 LORIN, 1974, p. 130 LORIN, G. **Phosphating of metals**. Great-Britain : Finishing Publications. 1974. 222p.