

ANÁLISE QUANTITATIVA DE FASES EM JUNTAS SOLDADAS POR PROCESSO TIG MANUAL AUTÓGENO DE AÇO HIPERDUPLEX UNS S32707 ATRAVÉS DE DIFERENTES METODOLOGIAS¹

*Erick Bloise Lima²
Marília Garcia Diniz³*

Resumo

Os aços inoxidáveis do tipo hiperduplex são de desenvolvimento recente no mercado, tendo como principais características, a combinação de excelentes propriedades mecânicas e elevada resistência à corrosão, inclusive em águas tropicais, segundo seu fabricante. Pouco se sabe sobre a influência da soldagem nestes aços, que possuem estrutura bifásica, constituída de proporções praticamente iguais de ferrita e austenita. O presente trabalho utilizou diferentes metodologias para quantificar as fases presentes na zona de fusão do aço UNS S32707, soldado pelo processo TIG manual autógeno. Foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica combinada com processamento digital de imagens e a técnica de contagem manual de pontos segundo a norma ASTM E-562. Ambas demonstraram resultado satisfatório para o processo de soldagem utilizado, encontrando-se dentro dos limites estabelecidos pela indústria do petróleo para as quantidades de ferrita e austenita na zona de fusão. Comparativamente, a técnica de contagem manual de pontos mostrou-se mais eficiente neste projeto.

Palavras-chave: Hiperduplex; Metalografia quantitativa; Processamento digital de imagens; Contagem manual de pontos.

QUANTITATIVE ANALYSIS OF PHASES THROUGH DIFFERENT METHODOLOGIES IN UNS S32707 HIPERDUPLEX STEEL WELDED JOINTS BY TIG MANUAL AUTOGENOUSLY PROCESS

Abstract

The hyperduplex stainless steels were developed recently, it is characterized by excellent mechanical properties and high corrosion resistance, even in tropical waters according to the manufacturer. Little is known about the influence of welding in these steels, which have a biphasic structure, consisting nearly equal proportions of ferrite and austenite. The present work used different methodologies to quantify the phases present in the fusion zone of UNS S32707 steel, welded by autogenous manual GTAW process. There have been used for phase quantification the technique of optical microscopy with digital image processing and the technique of manual point counting, according to ASTM E-562-11. Both showed satisfactory results to welding process used, according to the standards of the oil industry for ferrite and austenite quantity on fusion zone. By comparison, the technique of manual point counting demonstrated to be more efficient in this work.

Key words: Hyperduplex; Quantitative metallography; Digital image processing; Manual counting of points.

¹ *Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Graduando, Engenharia Mecânica, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

³ *Engenheira Metalúrgica, DSc., Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex são assim conhecidos, pois apresentam sua microestrutura formada pelas fases ferrita (Fe- α) e austenita (Fe- γ) em quantidades praticamente iguais. Segundo Padilha, Plaut e Rios,⁽¹⁾ e Pohl e Padilha,⁽²⁾ eles solidificam-se com estrutura ferrítica, surgindo a presença da fase austenita já no estado sólido para os aços com baixos teores de carbono. Para os aços de maior teor de carbono, também ocorre primeiramente a solidificação da fase ferrita, sendo o líquido remanescente enriquecido pelo carbono, o que condiciona a posterior solidificação da austenita. Pode ainda a austenita se formar durante o resfriamento nos grãos de ferrita.

A principal característica dos aços da família duplex é a combinação de elevada resistência mecânica associada à resistência à corrosão. Um conceito teórico utilizado para classificação dos aços inoxidáveis em duplex, superduplex e hiperduplex é a resistência à corrosão por pites, medida pelo número equivalente denominado PREn (*Pitting Resistance Equivalent Number*, em português “índice de pite”). O cálculo do PREn baseia-se em uma análise da composição química em que os teores dos principais elementos constituintes são fatores da equação.⁽³⁾

$$\text{PREn} = (\% \text{peso}) \text{Cr} + [(3.3) (\% \text{peso}) \text{Mo}] + [(16) (\% \text{peso}) \text{N}]$$

A classificação se dá pelas inequações:

- $35 \leq \text{PREn} < 40$ – aço inoxidável duplex;
- $40 \leq \text{PREn} < 49$ – aço inoxidável superduplex; e
- $\text{PREn} \geq 49$ – aço inoxidável hiperduplex.

Além das propriedades supracitadas, a presença de ferrita e austenita garante a este tipo de aço um comportamento superplástico, caracterizado pelas grandes deformações às quais podem ser submetidos, em temperaturas de trabalho a quente, sem que haja formação de estrição. A superplasticidade nos aços inoxidáveis duplex é causada pela presença de uma estrutura muito refinada, que se desenvolve pela ação da austenita na prevenção do crescimento de grãos da ferrita. Sendo assim, para atingir esta estrutura é necessário que a precipitação de austenita acompanhe ou preceda o fenômeno de recristalização do material.⁽⁴⁾

Embora a principal característica dos aços inoxidáveis duplex seja a combinação de boas propriedades mecânicas associadas à resistência à corrosão, existem aplicações em que há exigência de maior durabilidade, em termos de vida útil, do material em ambientes altamente corrosivos. Com esta finalidade foram desenvolvidos os aços superduplex e hiperduplex.

Os aços classificados como superduplex e hiperduplex são casos particulares dos aços inoxidáveis de estrutura duplex. A diferenciação entre essas ligas se dá, respectivamente, pelas maiores quantidades de cromo, molibdênio e nitrogênio, resultando em índices de pites (PREn) ≥ 40 , tornando seu uso satisfatório em ambientes agressivos, como por exemplo, águas marítimas.⁽⁵⁻⁷⁾

Sua popularidade é atribuída a uma combinação muito atrativa de elevada resistência à corrosão, excelentes propriedades mecânicas e também pelo seu custo relativamente baixo comparado a outros materiais de alto desempenho, tais como aços inoxidáveis super-austeníticos e ligas a base de Ni que são geralmente mais caras que as ligas que não contêm níquel ou que contêm esse elemento em baixa quantidade.⁽⁸⁾ A aplicação dos aços inoxidáveis superduplex expande-se pelas

indústrias de óleo e combustível, petroquímica, nucleares, produção de energia e de processamento químico.

Apesar de sua gama de aplicações e de propriedades superiores às dos aços duplex, os aços classificados como superduplex possuem restrição quanto à utilização por período prolongado em ambientes sujeitos à corrosão por cloretos – ambientes marítimos – cuja temperatura seja elevada.

Com o objetivo de suprir a deficiência de utilização dos aços inoxidáveis duplex e superduplex em águas de mares tropicais, por período prolongado, foi desenvolvida uma nova série de aços duplex, denominada aços inoxidáveis hiperduplex. O UNS S32707 é um exemplo deste tipo de aço. Segundo o fabricante e detentor desta nova patente, além da alta resistência à corrosão por cloretos, este também oferece propriedades mecânicas superiores, apresentando uma combinação de elevadas resistência à ruptura e dureza associada a elevado limite de escoamento, mantendo alongamento mínimo de 25%, comparando-se ao superduplex SAF 2507.^(9,10)

O UNS S32707 apresenta uma composição bem balanceada, com aproximadamente 50% ferrita e 50% austenita, e foi projetado para uso em ambientes ácidos contendo cloretos. A combinação de cromo, nitrogênio e molibdênio aumenta a resistência à corrosão localizada como, por pite ou por fresta. Em materiais duplex é importante que o valor individual de PREn das duas fases, ferrita e austenita, sejam similares, para então prevenir o início de uma corrosão na fase mais fraca, premissa presente no UNS S32707 em que o valor individual de PREn em cada fase é balanceado dentro de uma unidade de PREn, em média. Comparado com as ligas superduplex, o UNS S32707 também estende uma condição segura de operação em vários outros meios ácidos contendo cloretos, por exemplo, trocadores de calor críticos em refinarias.⁽¹¹⁾

Entre outras aplicações do aço hiperduplex UNS S32707, destaca-se a utilização em trocadores de calor, na forma de tubos. Como metal de base nos tubos, o aço hiperduplex, em geral, mantém o balanceado equilíbrio de fases, sendo em torno de 50% fase ferrita e 50% fase austenita. Estes aços quando utilizados em trocadores de calor tubulares, necessitam de processos de soldagem de maneira a possibilitar a montagem do equipamento. Devido, entre outros fatores, ao aquecimento do material durante a soldagem, o equilíbrio das fases pode se desbalancear na zona de fusão. É possível ainda que este desequilíbrio se expanda para o metal de base, sendo esta área conhecida como zona termicamente afetada. Por esta razão, o estudo da soldabilidade é de extrema importância para esse tipo de aço inoxidável e pouquíssima informação é conhecida sobre o comportamento destes aços quanto às questões de soldagem na literatura, uma vez que a patente deste material é bastante recente.⁽¹⁰⁾

O fabricante do aço inoxidável hiperduplex UNS S32707, denominado Sandvik, recomenda o processo de soldagem TIG (*Tungsten Inert Gas*), também conhecido como GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*), para a soldagem de feixes destes tubos em trocadores de calor. É recomendada inclusive a utilização de um metal de adição consumível desenvolvido especificamente para esta finalidade, denominado Sandvik 27.9.5.L.⁽⁹⁾

A soldagem TIG consta fundamentalmente de uma soldagem em que a fonte térmica é um arco gerado entre um eletrodo não consumível e a obra, estando o arco e a poça de fusão protegidos por uma atmosfera de gás inerte.^(12,13)

A soldagem pode ser realizada com ou sem metal de adição. Caso seja realizada sem metal de adição, o processo é denominado soldagem de autógena.

Este processo tem a vantagem de apresentar cordões de solda de alta qualidade, sem escória e sem respingos e pode ser empregado em todas as posições e tipos de juntas. Em razão de admitir um controle preciso de entrega térmica, a soldagem TIG é a mais adequada para unir metais de pequena espessura, para fazer cordões em componentes sensíveis ao calor, para trabalhos de manutenção e também para soldar pontos em chapas finas. Uma desvantagem no processo TIG é que o trabalho deve ser preferencialmente realizado em local coberto ou protegido; se utilizada no campo, a soldagem TIG pode sofrer influência da circulação de ar no local e a proteção fornecida pelo gás inerte pode ser prejudicada; outra desvantagem é que na soldagem de chapas grossas sua produtividade é baixa.⁽¹⁴⁾

Na soldagem TIG devem se considerar a influência dos seguintes parâmetros de soldagem: comprimento do arco, velocidade de soldagem, vazão do gás de proteção, corrente de soldagem e inclinação da tocha.

Os gases de proteção utilizados no processo TIG tem a função de formar e estabilizar o arco elétrico, proteger a poça de fusão dos contaminantes atmosféricos e o eletrodo de tungstênio da oxidação. Os gases utilizados neste processo devem ser inertes, daí a denominação TIG (Tungstênio Inerte Gás). Os mais utilizados são o argônio, hélio, misturas de argônio e hélio, e misturas de argônio e hidrogênio.⁽¹⁵⁾

Na solda TIG autógena dos aços inoxidáveis da família duplex, devido à ausência do metal de adição — geralmente enriquecido em níquel — a fração volumétrica da fase austenita pode sofrer sérias reduções. Desta forma é misturado o gás N₂ ao gás de proteção. Esta mistura visa aumentar o teor de nitrogênio na poça de solda e manter seu valor nas regiões vizinhas. Como o nitrogênio é um elemento gamagênico, o seu aumento, induz uma fração maior da fase austenita na poça de solda, diminuindo ou eliminando o desbalanceamento entre as fases.⁽¹⁶⁾

A caracterização de juntas soldadas do aço hiperduplex visa contribuir para a geração de métodos e qualificação de soldagem TIG autógeno para aços inoxidáveis do tipo duplex, onde se busca parâmetros de soldagem que permitam a obtenção de juntas soldadas com características mecânicas e metalúrgicas mais adequadas para suas aplicações, isto é, mais próximas às características do metal de base. São usualmente utilizados o método da indução magnética (Ferritoscopia), difração de raios-X, microscopia óptica associada ao processamento digital de imagens, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão e o método da contagem manual de pontos (ASTM E-562).⁽¹⁷⁾

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado foi uma liga de aço inoxidável da família duplex, denominado UNS S32707, classificado pela norma ASTM como ASTM A-789-01A, que apresenta composição química conforme a Tabela 1 e resistência equivalente por pites (PRE) de 49%.⁽⁹⁾ A matéria prima foi fornecida na forma de tubos sem costura, no estado recozido, com diâmetro externo de 19,05 mm (3/4") e espessura de 2,24 mm.

Tabela 1. Composição química (% em peso) do aço hiperduplex SAF 2707 HD[®] com denominação ASTM UNS S32707⁽⁹⁾

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Co	N
0,019	0,22	0,92	0,013	0,001	26,68	6,37	4,77	0,96	0,38

Foram soldados dois corpos de prova pelo processo TIG autógeno, de forma manual, máquina de solda Eutectic, modelo MIG Pulse 4200, arco não pulsado,

sentido de soldagem longitudinal. Os demais parâmetros de soldagem estão expressos na Tabela 2.

Tabela 2. Parâmetros de soldagem

Gás de proteção	Ar + 2,5% N
Vazão do gás	7 L/min
Corrente	40 A
Eletrodo	PH2 (2% Cu), \varnothing 1,3 mm
Bocal	\varnothing 5,0 mm
Tensão	10,3 Volts

Os valores de aporte térmico não foram disponibilizados.

As amostras contendo as juntas soldadas foram submetidas à preparação metalográfica para obtenção de superfície especular. Primeiramente foi realizado o corte das amostras em cortadeira metalográfica, posteriormente foi realizado o embutimento em baquelite, com o objetivo de facilitar o manuseio de amostras de pequenas dimensões. Ainda na preparação metalográfica foi realizado o lixamento, partindo-se das lixas de maiores granulometrias (180 mesh, 220 mesh e 400 mesh) até as lixas mais finas (600 mesh, 800 mesh e 1.200 mesh), o polimento em pasta de alumina (1 μ m), pasta de diamante (1 μ m) e pasta de diamante (1/4 μ m). A seguir foi utilizado o ataque químico com o reagente Beraha. O tempo de exposição foi de 90 segundos, sem agitação e com a superfície de interesse voltada para cima.

Para a microscopia óptica foi utilizado microscópio óptico Carl Zeiss, modelo Imager M1m, com câmera digital integrada ao computador. O microscópio dispõe de aumentos de 50, 100, 500 e 1.000 vezes.

Foram obtidas sete imagens da zona de fusão para o corpo de prova A e nove imagens da zona de fusão do corpo de prova B.

Para o processamento digital de imagens, foi utilizado o programa AxioVision, estando as imagens processadas na extensão “.TIF”.

Durante a etapa de pré-processamento, foi realizada a padronização das imagens para a resolução 1350 x 950 pixels, a transformação das imagens coloridas em imagens monocromáticas, com 256 tons de cinza, foi verificada a possível existência de erros de iluminação, não sendo constatados erros relevantes. Também durante o pré-processamento foi aplicado o filtro sigma, com os parâmetros kernel = 255 e sigma = 20, objetivando reduzir e até mesmo eliminar pontos escuros presentes no interior da fase austenita nas imagens, que foram gerados durante o ataque químico. A seguir foi realizada a segmentação, em que a fase austenita foi transformada em “objetos”, na cor branca, e a fase ferrita foi transformada em “fundo”, na cor preta.

A última etapa do processamento digital de imagens consistiu na extração de atributos, em que foi calculada a fração de área dos objetos presentes na imagem segmentada.

Ao todo, foram processadas 11 imagens, sendo quatro imagens do corpo de prova A e sete imagens do corpo de prova B.

Para a contagem manual de pontos, seguindo as premissas e metodologias na norma ASTM E-562, foi utilizada grade de pontos com 100 pontos, foi adotada uma precisão relativa de 10%.

Foram utilizadas sete imagens do corpo de prova A e nove imagens do corpo de prova B.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 1a e 1b apresentam os aspectos micrográficos obtidos para a zona de fusão dos corpos de prova A e B. Observa-se que a fase austenita apresenta uma coloração mais clara, com grãos no formato acicular, enquanto que a fase austenita apresenta coloração escura e grãos mais arredondados.

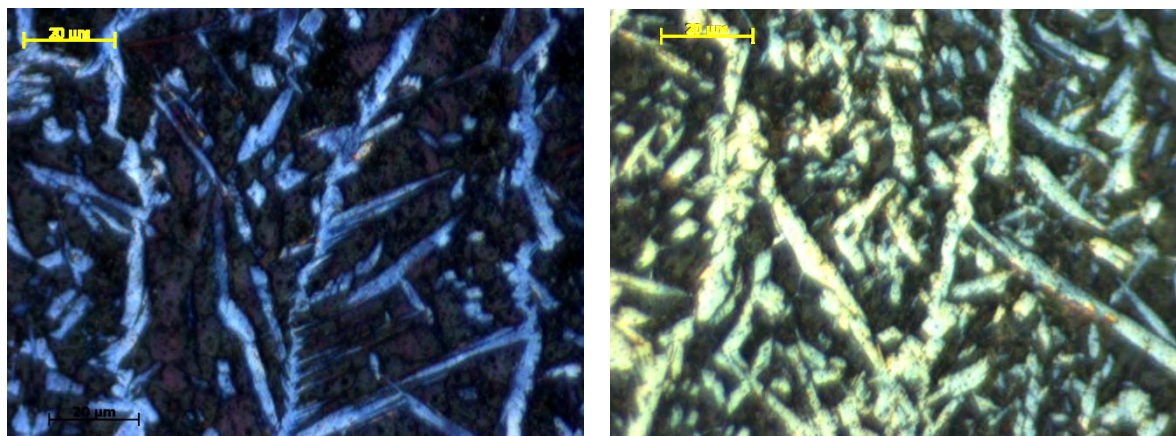


Figura 1. (a) Aspecto micrográfico da zona de fusão. Ataque químico Beraha, aumento 500X. Corpo de prova A; e (b) aspecto micrográfico da zona de fusão. Ataque químico Beraha, aumento 500X. Corpo de prova B.

A Figura 2 exemplifica uma imagem utilizada na contagem manual de pontos, em que uma grade com 100 pontos foi sobreposta.

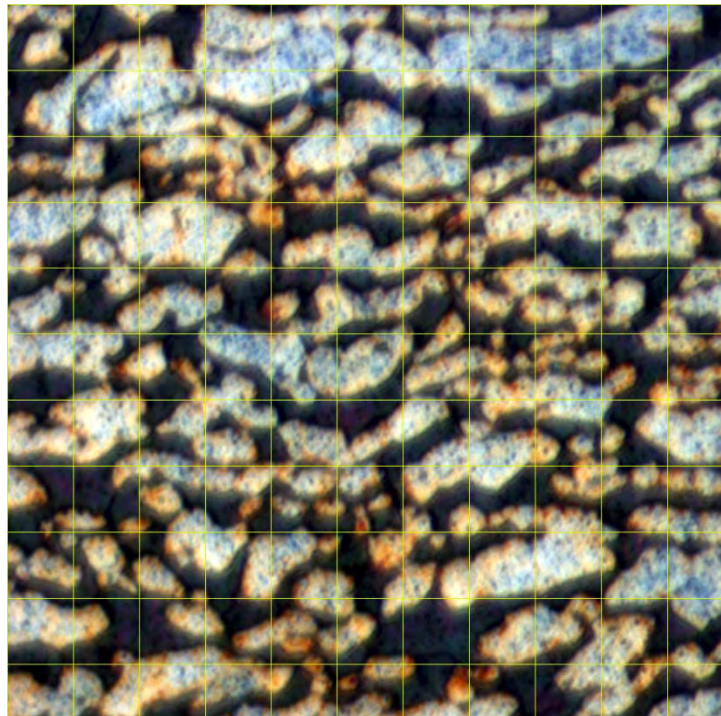


Figura 2. Imagem com grade de 100 pontos sobreposta. Aumento 500x, metal de base.

Os resultados obtidos para o processamento digital de imagens e para a contagem manual de pontos são expressos, respectivamente, nas Tabelas 3 e 4.

Tabela 3. Resultados individuais do processamento digital de imagens, expressos em percentual de fase austenita para cada imagem processada

Corpo de prova A		Corpo de prova B	
Imagem	% austenita	Imagem	% austenita
Imagem 01	20,16	Imagem 01	-
Imagem 02	-	Imagem 02	24,11
Imagem 03	-	Imagem 03	-
Imagem 04	-	Imagem 04	29,74
Imagem 05	34,59	Imagem 05	36,27
Imagem 06	22,92	Imagem 06	33,11
Imagem 07	22,68	Imagem 07	36,74
		Imagem 08	35,79
		Imagem 09	31,10

As imagens 02, 03 e 04 do corpo de prova A, assim como as imagens 01 e 03 do corpo de prova B não foram processadas devido às suas baixas qualidades, apresentando pouco contraste e distinção entre as fases e tons de cinza.

Tabela 4. Resultados individuais da contagem manual de pontos, expressos em percentual de fase austenita para cada imagem utilizada

Corpo de prova A		Corpo de prova B	
Imagem	% austenita	Imagem	% austenita
Imagem 01	30,50	Imagem 01	32,50
Imagem 02	25,00	Imagem 02	24,50
Imagem 03	45,00	Imagem 03	43,00
Imagem 04	42,00	Imagem 04	39,00
Imagem 05	39,00	Imagem 05	44,00
Imagem 06	31,50	Imagem 06	35,50
Imagem 07	35,00	Imagem 07	37,00
		Imagem 08	44,00
		Imagem 09	37,00

Para o processamento digital de imagens, os resultados das imagens 01, 06 e 07 do corpo de prova A e a imagem 02 do corpo de prova B podem ser considerados “pontos fora da curva”, pois seus resultados distorcem da tendência dos demais pontos. Desprezando estes pontos, os resultados seguem expressos na Tabela 5.

Tabela 5. Resultado final do processamento digital de imagens

Resultado final médio	33,9 % de fase austenita
Desvio padrão	2,69
Intervalo de confiança de 95%	2,27
Imprecisão relativa real	6,69 %

O resultado final da contagem manual de pontos segue expresso na Tabela 6. Todos os pontos obtidos foram considerados aceitáveis, não sendo necessários descartes.

Tabela 6. Resultado final da contagem manual de pontos

Resultado final	36,53 % de fase austenita
Desvio padrão	6,43
Intervalo de confiança de 95%	3,44
Imprecisão relativa real	9,43 %

4 CONCLUSÕES

A indústria do petróleo utiliza o relatório técnico API 938-C como base para aceitar a utilização de lotes do aço inoxidável hiperduplex. Este relatório determina uma percentual mínimo de 35% e máximo de 65% de fase ferrita, podendo o valor máximo se estender até 70% para utilização em serviços não severos. Segundo essa faixa de valores, conclui-se que tanto o processamento digital de imagens quanto a contagem manual de pontos qualifica os corpos de prova A e B como aptos a serem utilizados em serviços não severos.

Conclui-se também, que o método da contagem manual de pontos demonstrou-se mais eficiente, quando comparado ao processamento digital de imagens, isto deve-se aos seguintes fatores:

- o esforço necessário para a aplicação da norma ASTM E-562 é significativamente menor, quando comparado ao processamento digital de imagens; e
- imagens que apresentam pouca diferenciação de tons entre as fases não conseguem ser processadas. Das 16 imagens disponíveis, apenas 11 foram processadas, tendo ainda 4 resultados individuais descartados, restando apenas 07 imagens. Já para a contagem manual de pontos, todas as 16 imagens foram utilizadas, sem qualquer influência da diferenciação de tons entre as fases.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERJ pelo apoio financeiro por meio do edital E-26/110.074/2011, ao CNPQ através do Edital CNPq/VALE S.A. Nº 05/2012 e ao IFRJ Paracambi (Prof. André Rocha Pimenta).

REFERÊNCIAS

- 1 PADILHA, A.F.; PLAUT, R.L.; RIOS, P.R.; Stainless steel heat treatment: metallurgy and technologies. In: Totten, George E, Steel Heat Treatment Handbook. Boca Raton: Taylor & Francis, 2007.
- 2 POHL, M.; PADILHA, A.F.; Aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex. Nickel, São Paulo, v.3, n.8, 1988. p.7.
- 3 MARTINS, M. Caracterização microestrutura-mecânica e resistência à corrosão do aço inoxidável super duplex ASTM A890 / A890M Grau 6A. 2006. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo – São Paulo. 2006.

- 4 SOLOMON, H. D.; DEVINE JR., T. M. Duplex stainless steels – a tale of two phases. In: Duplex stainless steels – conference proceedings. ASM, Metals Park, Ohio, 1982. p. 693-756.
- 5 PADILHA, A.F.; PLAUT, R.L.; RIOS, P.R.; Stainless steel heat treatment: metallurgy and technologies. In: Totten, George E, Steel Heat Treatment Handbook. Boca Raton: Taylor & Francis, 2007.
- 6 NILSON, J. O. Super duplex stainless steels. Materials Science of Technology. v. 8, n. 8, p. 685-700. 1992.
- 7 URA, M. M.; PADILHA, A. F.; ALONSO, N. Influência da fase alfa linha (α') sobre a resistência à corrosão por pite em aços inoxidáveis dúplex. In: Congresso Anual da ABM, 49, 1994, São Paulo: ABM, 1995. p. 337-349.
- 8 FONTES, T. F. Efeito da fase alfa linha nas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UR 52N+. 2009. Dissertação de Mestrado. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – Universidade de São Paulo – USP – São Paulo. 2009.
- 9 SANDVIK. Disponível em <http://www.sandvik.com/> - Consulta realizada em 22 de Agosto de 2012.
- 10 DIAS, D. F. Caracterização de juntas soldadas por TIG autógeno manual com arco pulsado e arco não pulsado do aço inoxidável hiperduplex SAF 2707 HD. 2012. Dissertação de mestrado. Universidade do Estado do Rio de Janeiro – Rio de Janeiro. 2012.
- 11 SOUZA, A.; PEREA, E.; SIGNORELLI, R. UNS S32707® (UNS S32707) - Um aço inoxidável hiper-duplex para ambientes severos contendo cloretos, Anais do IX Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável. 2008.
- 12 WAINER, E. Soldagem. Associação Brasileira de Metais, ABM. 11. ed. 1977.
- 13 MARQUES, P. V.; MODENESI, P. J.; BRACARENSE, A. Q. Soldagem: Fundamentos e Tecnologia. 3. ed. Editora UFMG: Belo Horizonte, 2011.
- 14 SENAI PE. Tecnologia de solda – processo Tig e Eletrodo Revestido. Recife, SENAI PE/DITEC/DET, 2001.
- 15 SENAI MG. Soldagem TIG. Apostila elaborada por Fonseca, A. S. Centro de Formação Profissional “Aloysio Ribeiro de Almeida”. Varginha – MG. 2004.
- 16 ALVES NETO, S. A. Caracterização metalúrgica de juntas de aço inoxidável superduplex soldadas por processo TIG autógeno. 2011. Dissertação de Mestrado. Universidade do Estado do Rio de Janeiro – Rio de Janeiro. 2011.
- 17 ASTM International, Designação E562-11, Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count, 2010.