



**INPI**  
INSTITUTO  
NACIONAL  
DA PROPRIEDADE  
INDUSTRIAL  
Assinado  
Digitalmente

**REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL**  
MINISTÉRIO DA ECONOMIA  
**INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL**

CARTA PATENTE Nº PI 0919781-8

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

**(21) Número do Depósito:** PI 0919781-8

**(22) Data do Depósito:** 30/10/2009

**(43) Data da Publicação Nacional:** 08/12/2015

**(51) Classificação Internacional:** C04B 35/14; C04B 35/10; C04B 35/26; C04B 35/64.

**(30) Prioridade Unionista:** US 12/262,790 de 31/10/2008.

**(54) Título:** PARTÍCULA SINTERIZADA COMPREENDENDO MATERIAL CERÂMICO

**(73) Titular:** SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC.. Endereço: P.O. Box 15008, One New Bond Street, Intellectual Property Department Worcester, Massachusetts, 01615-000, ESTADOS UNIDOS DA AMÉRICA(US)

**(72) Inventor:** LAURIE SAN-MIGUEL; KEVIN R. DICKSON; TIHANA FUSS; WALTER T. STEPHENS.

**(87) Publicação PCT:** WO 2010/051481 de 06/05/2010

**Prazo de Validade:** 10 (dez) anos contados a partir de 12/11/2019, observadas as condições legais

**Expedida em:** 12/11/2019

Assinado digitalmente por:

**Liane Elizabeth Caldeira Lage**

Diretora de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

**"Partícula Sinterizada Compreendendo Material  
Cerâmico"**

**Antecedentes da Invenção**

A presente invenção se refere em geral a partículas cerâmicas para utilização em uma ampla variedade de aplicações industriais. Algumas dessas aplicações incluem uma variedade de partículas cerâmicas: como um escoramento para facilitar a remoção de líquidos e/ou gases de poços que foram perfurados em formações geológicas; como um meio de erosão, moagem ou polimento; como um suporte de assento em um reator químico; como um meio de transferência de calor; como um meio de filtração, e como grânulo de cobertura, quando aplicados em faixas de asfalto. Mais especificamente, a presente invenção é útil em aplicações que exigem uma esfera cerâmica que tenha alta resistência ao esmagamento. De um modo ainda mais específico, a presente invenção se refere a escoramentos que podem ser usados em formações geológicas nas quais a pressão exercida no escoramento excede a resistência ao esmagamento de escoramentos convencionais, tais como a areia e areia revestida com resina.

Exemplos de patentes e pedidos de patentes publicados, direcionados a escoramentos incluem: US 3,376,930; US 4,632,876; US 7,067,445; US 2006/0177661 e US 2008/0000638.

**Sumário**

Modalidades da presente invenção fornecem uma partícula cerâmica adequada à utilização em aplicações de perfuração que exijam um escoramento de alta resistência.

Em uma modalidade, a presente invenção inclui uma

partícula sinterizada compreendendo material cerâmico. O material cerâmico compreende óxidos de alumínio, ferro e silicone. Os óxidos de alumínio representam não mais do que 30 por cento em peso do peso combinado dos óxidos. Os óxidos de ferro representam entre 15 e 40 por cento em peso do peso combinado dos óxidos. A densidade do material cerâmico excede 3,5 g/cc.

Uma outra modalidade se refere a um processo para a realização de uma partícula compreendendo um material cerâmico sinterizado. O processo pode incluir as seguintes etapas. Mistura de pelo menos um primeiro óxido metálico com um ou mais ingredientes secos e pelo menos um ingrediente líquido assim formando uma mistura. A formação de pelo menos uma porção da mistura em um precursor de partícula. A sinterização do precursor. O aquecimento do precursor e emprego de uma força compressiva externamente aplicada sobre o precursor, assim formando uma partícula cerâmica sinterizada.

#### BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

Fig. 1 é um diagrama de três fases;

Fig. 2 é um fluxograma de um processo usado para o fabrico de uma partícula cerâmica;

e

Fig. 3 é um gráfico de linhas mostrando a resistência ao esmagamento através do levantamento da porcentagem de minério miúdo face à pressão.

#### DESCRIÇÃO DETALHADA

A tecnologia que utiliza as partículas para facilitar a remoção de fluidos à base de hidrocarbonetos, tais como o gás natural e crude, a partir de perfurações de poços, tem

sido documentada em numerosas patentes e artigos de jornal. As partículas que podem ser referidas como escoramentos, são usadas para escorar fissuras abertas na terra através das quais o gás e o óleo fluem na direção da perfuração do poço. Em poços onde os escoramentos não são usados, as fissuras na terra localizadas mais perto da perfuração do poço podem desabar logo após o gás e óleo mais próximos da perfuração do poço terem sido removidos. O desabamento das fissuras limita a produção do poço evitando que óleo e gás adicionais se movimentem na direção da perfuração do poço. Por outro lado, a produtividade dos poços que usam escoramentos pode ser melhorada porque os escoramentos sustentam as fissuras abertas na terra que iriam de outro modo se fechar após a remoção dos fluidos à base de hidrocarbonetos. Os escoramentos são distribuídos nas fissuras através da mistura de escoramentos com um líquido de fraturamento que é forçado através da perfuração do poço e para o interior das fissuras. Quando o líquido de fraturamento é removido, as partículas permanecem alojadas nas fissuras assim suportando as fissuras abertas.

Devido à necessidade contínua de fornecer quantidades cada vez maiores de gás e óleo naturais e a redução simultânea de gás e óleo imediatamente disponíveis na proximidade da superfície da terra, têm de ser perfurados novos poços mais fundo do que os poços antigos, para atingir os reservatórios anteriormente descobertos de gás e óleo. À medida que a profundidade da perfuração do poço aumenta, a pressão exercida no escoramento pela terra também aumenta. Conseqüentemente, os fabricantes de escoramento precisam de produzir escoramentos que possam

suportar pressões superiores do que os escoramentos produzidos há alguns anos, de modo a que resistam ao esmagamento a maiores profundidades de poço. A capacidade de um escoramento de suportar o esmagamento pode ser

5 caracterizada como resistência ao esmagamento, que é um termo comumente usado para denotar a resistência de um escoramento e pode ser determinada usando a ISO 13503-2:2006(E). Um escoramento forte gera uma resistência ao esmagamento em porcentagem em peso menos do que um

10 escoramento fraco, em uma mesma tensão de fecho. Por exemplo, um escoramento que tenha uma resistência ao esmagamento de 2 por cento em peso, é considerado como sendo um escoramento forte e é preferido em relação a um escoramento fraco que tenha uma resistência ao esmagamento

15 de 10 por cento em peso.

Os escoramentos podem ser realizados a partir de um material natural, como a areia, ou a partir de composições que tenham sido produzidas através de um processo de fabrico. Um exemplo de uma composição usada para fabricar

20 escoramentos é uma combinação de óxidos metálicos, tais como a bauxite, os quais tenham sido misturados com vários aditivos, formados em uma pluralidade de bolas essencialmente esféricas e depois sinterizados de modo a formar uma pluralidade de escoramentos cerâmicos. Enquanto

25 que a composição química exata de bauxite pode variar dependendo da localização da mina, a partir da qual a bauxite é removida, a maioria das bauxites inclui entre 60 a 90 por cento em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Outro exemplo de uma composição que pode ser usada para fabricar escoramentos é

30 a normalmente conhecida como "lama vermelha", a qual é um

subproduto do processo da Bayer para refinar alumínio. Este produto residual contém tipicamente ferro, titânio, sódio, sílica e outras impurezas oxidadas.

A composição química da bauxite pode ser determinada pela preparação de uma amostra fundida da bauxite e subsequente utilização de um aparelho analítico de fluorescência de raio-x (XRF) para determinar as porcentagens em peso de óxidos de alumínio, óxidos de ferro e óxidos de silicone. A amostra fundida pode ser preparada usando um aparelho de fusão Claisse M4 Fluxer (fabricado pela Claisse de Quebec City, Canadá), como se segue. Vários gramas de bauxite são moídos manualmente para que a bauxite passe através de um crivo de 75  $\mu\text{m}$  (200 malhas Tyler). Em um cadinho de platina fornecido pela Claisse, 1,0000 g ( $\pm$  0,0005 g) da bauxite moída e crivada é misturado com 8,0000 g ( $\pm$  0,0005 g) de boratos de lítio 50-50 contendo um agente libertador tal como LiBr ou CsI. Se o agente de libertação não se encontrar incluído no borato de lítio, podem adicionadas três gotas de um agente de libertação (25 % p/v de LiBr ou CsI). A mistura no cadinho é então aquecida gradualmente de modo a remover quaisquer materiais orgânicos, umidade, etc. Simultaneamente, o cadinho é rapidamente colocado em rotação para que a força centrífuga causada pela rotação retire qualquer gás encurralado do material derretido. Quando a temperatura da bauxite derretida no cadinho atinge aproximadamente 1000°C, o material foi liquefeito e o cadinho é submetido a titulação para que a bauxite derretida flua para o interior de um molde em disco. Enquanto o material derretido está a arrefecer no molde em disco, uma ventoinha sopra ar para o

molde para facilitar a remoção de calor. À medida que a bauxite arrefece, o material se funde e forma uma amostra em forma de disco que mede aproximadamente 3 cm de largura e 4 mm de espessura. O disco não deverá conter quaisquer bolhas de gás encurraladas no interior. A composição química do disco arrefecido é então determinada usando um analisador de fluorescência de raio-X (XRF), modelo MagiX Pro Philips, a executar um software IQ+. O mesmo procedimento pode ser usado para determinar a composição química de partículas cerâmicas, tais como escoramentos.

Um dos critérios considerados pelos fabricantes de escoramentos, ao selecionar uma fonte de minério de bauxite, usada para produzir escoramentos, é o nível de impurezas indesejáveis que são consideradas como degradantes do desempenho do escoramento. As impurezas típicas incluem o óxido de ferro e o óxido de titânio. Infelizmente, as quantidades excessivas de minérios de ferro podem causar problemas durante a etapa de sinterização do processo de fabrico do escoramento, porque a temperatura de sinterização do minério de ferro pode ser substancialmente diferente das temperaturas de sinterização do óxido de alumínio e óxidos de alumínio-silicone, tais como a argila caulina ou mulite. "Sinterização", conforme aqui usada, significa a junção de partículas através da aplicação de calor. Isso resulta normalmente na densificação, mas não em todos os casos. Alguns fabricantes de escoramentos comercialmente disponíveis já consideraram como inadequadas fontes de minério de bauxite com mais de 15 por cento em peso de óxido de ferro para a utilização como matéria-prima para a

produção de escoramentos. Por outro lado, essa aplicação revela que uma fonte de bauxite contendo uma quantidade de óxido metálico anteriormente considerada como inaceitável, pode ser usada para o fabrico de um escoramento com  
5 resistência melhorada ao esmagamento. Os escoramentos podem ser fabricados através da seleção de uma fonte de minério de bauxite que contenha intrinsecamente: entre 50 e 85 por cento em peso de um primeiro óxido metálico, tal como óxidos de alumínio, os quais têm uma densidade superior a  
10 3,7 g/cc; entre 15 e 40 por cento em peso de um segundo óxido metálico, tal como os óxidos de ferro, os quais têm uma densidade superior a 3,9 g/cc; e entre 0 e 30 por cento em peso de um, terceiro óxido metálico, tal como os óxidos de silicone, os quais possuem uma densidade não superior a  
15 2,8 g/cc. Para além disso, um minério de bauxite que não contenha naturalmente um nível suficiente de óxido de ferro pode ser misturado com uma fonte separada de óxido de ferro para prover o escoramento com o desempenho melhorado.

A história do desenvolvimento do escoramento, tal como  
20 documento em algumas patentes nos Estados Unidos, tem sido inconsistente em relação ao ensinamento da melhor gama de gravidade específica para os escoramentos. Na década de 1970, o documento US 4,068,718, que reivindica prioridade de um pedido depositado em 17 de Maio de 1974, revela um  
25 "agente de sustentação de alta resistência compreendendo partículas de bauxite sinterizada tendo uma gravidade específica superior a cerca de 3,4." No entanto, durante a década de 1980, foram aplicados esforços consideráveis pela indústria dos escoramentos para produzir escoramentos com  
30 gravidade específica significativamente inferior a 3,4. Por



exemplo, o documento US 4,680,230, que foi depositado em 18 de Janeiro de 1984, cita um estudo efetuado pelo Departamento Norte-Americano para a Energia que descreve um "escoramento ideal" como tendo uma "gravidade específica inferior a dois". Na coluna 1, linhas 49 a 65, esta patente revela uma forma de usar bauxite sinterizada como escoramento. No que se refere ao uso de material contendo óxido de ferro para produzir esferóides cerâmicos, tais como um escoramento com elevada resistência a esmagamento, o documento, US 4,632,876 ensina que "No entanto, as escórias de alto-forno, escórias de centrais elétricas e cinzas voláteis podem ser usadas, mas geralmente não são aceitáveis porque o seu elevado teor de óxido de ferro provocam altas densidades. O teor de óxido de ferro das partículas minerais deverá ser significativamente inferior a 9 por cento em peso, de preferência, inferior a 5%".

Ao contrário das patentes descritas em cima, a presente invenção revela um escoramento em que o material cerâmico do escoramento tem um teor de óxido de ferro significativamente superior ao anteriormente considerado como praticável. Conforme aqui usado, a frase "material cerâmico" se refere à recolha de grânulos de óxidos, carbonetos e nitretos inorgânicos, metálicos e não metálicos que foram formados em uma esfera e sinterizados de tal modo que os grânulos individuais aderem entre si, desse modo formando uma partícula sinterizada. O material cerâmico não inclui componentes voláteis, tais como ligantes e líquidos usados para produzir o escoramento, nem polímeros ou outros revestimentos que possam ser adicionados à partícula depois da etapa de sinterização. Em

uma modalidade da presente invenção, o escoramento contém pelo menos um primeiro óxido metálico que inclui óxidos de alumínio e um segundo óxido metálico que contém óxidos de ferro e pode incluir um terceiro óxido metálico que contém 5 óxidos de silicone. As porcentagens em peso dos primeiro, segundo e terceiro óxidos metálicos são calculadas como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , e  $\text{SiO}_2$ , respectivamente. A quantidade de óxidos de ferro no escoramento pode representar entre 15 e 40 por cento em peso, mais preferido entre 15 e 35 por cento em peso, ainda mais preferido entre 20 e 30 por cento em 10 peso do peso combinado do óxido. A quantidade de óxidos de silicone pode representar entre 0 e 30 por cento em peso, mais preferido entre 1 e 10 por cento em peso do peso combinado do óxido. As porcentagens em peso dos primeiro, 15 segundo e terceiro óxidos metálicos são calculadas como uma fracção do peso combinado de penas esses óxidos metálicos. Se o escoramento incluir outros componentes, tais como um revestimento polimérico aplicado à superfície do escoramento e/ou um quarto óxido metálico, nem o peso do 20 polímero, nem o quarto óxido metálico estarão incluídos no cálculo das porcentagens em peso do primeiro, segundo e terceiro óxidos metálicos. O peso combinado dos óxidos metálicos pode exceder 50 por cento em peso do peso total da partícula cerâmica. O peso total da partícula cerâmica 25 inclui o peso dos primeiro, segundo e terceiro óxidos metálicos mais o peso de outros óxidos metálicos e impurezas que permanecem após a partícula ter sido sinterizada e antes da adição de quaisquer revestimentos, preenchimentos, etc. O peso combinado do primeiro, segundo

e terceiro óxidos metálicos pode exceder 60 ou até mesmo 70 por cento em peso do peso total da partícula cerâmica.

Para além das características das composições químicas descritas em cima, a densidade do material cerâmico da partícula excede os 3,5 g/cc. Em algumas modalidades, a densidade do material cerâmico das partículas pode exceder 3,6 g/cc, 4,0 g/cc, 4,2 g/cc ou até mesmo 4,5 g/cc. Conforme aqui usada, a frase "densidade efetiva", "densidade do material cerâmico", "densidade do material cerâmico da partícula" e a "densidade do material cerâmico do escoramento" se referem à densidade efetiva da matriz cerâmica sólida que forma a partícula cerâmica. Conforme definido em Dictionary of Ceramics, terceira edição, por Arthur Dodd e David Murfin, a densidade efetiva de um sólido poroso é "definida como a razão da massa do material em relação ao seu volume efetivo", sendo portanto "definida como o volume do material sólido apenas, o volume de quaisquer poros negligenciados." Uma densidade efetiva do material cerâmico é característica da composição química do material cerâmico e fase(s) cristalina(s). A densidade efetiva do material cerâmico é independente da porosidade da partícula. A densidade do material cerâmico do escoramento é determinada de acordo com a Norma ASTM D02840-69 através da pesagem de uma amostra, moagem de uma amostra para menos de 100 malhas, medição do volume da amostra com um picnômetro de hélio (como um estereopicnômetro cromoquântico SPY 03) e cálculo do peso por centímetros cúbicos.

A densidade do material cerâmico é um parâmetro físico que é distinto e separado da gravidade específica da

partícula. Contrariamente à definição da densidade fornecida em cima, as frases "gravidade específica da partícula cerâmica" e "gravidade específica do escoramento" se referem ambas à gravidade específica aparente da partícula que é definida no Dictionary of Ceramics como "a razão da massa com a massa de uma quantidade de água que, a 4°C, tem um volume igual ao volume sólido aparente do material à temperatura de medição". Para utilização no presente documento, o volume sólido aparente é definido como o volume do material sólido mais o volume de quaisquer poros selados. A gravidade específica da partícula cerâmica tem percussão direta pela porosidade incorporada na partícula. A porosidade das partículas cerâmicas da presente invenção pode variar desde 2 por cento e 40 por cento. As partículas cerâmicas tendo uma porosidade entre 5 e 15 por cento são praticáveis. A gravidade específica da partícula cerâmica pode ser determinada usando a Norma Internacional ISO 13503-2. A norma foi emitida em 1 de Novembro de 2006.

A porosidade aparente em um corpo cerâmico é definida como 1 menos o quociente da gravidade específica aparente dividido pela densidade efetiva.

A densidade efetiva do material cerâmico e a gravidade específica da partícula cerâmica podem ser controladas de modo independente. Por exemplo, ao manter a densidade efetiva do material cerâmico constante, poderiam ser fabricadas partículas cerâmicas com diferentes níveis de porosidade incorporada, desse modo resultando em partículas cerâmicas com a mesma densidade efetiva mas com gravidades específicas diferentes. De modo semelhante, ao se manter o

mesmo nível de porosidade em várias partículas cerâmicas, as composições dos materiais cerâmicos usados para produzir as partículas pode ser alterado, desse modo resultando em partículas com a mesma porosidade mas densidades efetivas diferentes.

Usando os ensinamentos fornecidos no presente documento, pode ser produzido um escoramento com uma gravidade específica baixa e alta resistência ao esmagamento. O escoramento pode ser produzido a partir de um material de alta densidade, tal como material cerâmico com uma densidade efetiva superior a 3,5 g/cc, enquanto o escoramento pode ter uma gravidade específica reduzida, tal como 2,8, devido à incorporação de poros no escoramento. São praticáveis escoramentos que possuem gravidade específica ainda mais reduzida, tal como 2,5, 2,4 ou 2,0. Uma vez que o material cerâmico de alta densidade pode ter alta resistência e é portanto resistente ao esmagamento, os materiais cerâmicos de alta densidade podem ser desejáveis. No entanto, os escoramentos fabricados a partir de materiais de densidade efetiva elevada podem tender a se dissipar prematuramente em um fluido de fraturamento, quando inseridos em uma perfuração de poço, se a gravidade específica do escoramento for aproximadamente igual à densidade efetiva do material cerâmico. Os escoramentos com uma boa resistência ao esmagamento e reduzida gravidade específica podem ser obtidos se a densidade efetiva do material cerâmico for elevada o suficiente para aumentar a resistência ao esmagamento, para além da diminuição na resistência ao esmagamento que é causada pela incorporação

de poros necessários para reduzir a gravidade específica do escoramento.

Mostrado na Fig. 1 se encontra um diagrama ternário 10 de uma partícula cerâmica sinterizada que inclui  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$  e não assume qualquer porosidade. As linhas 12, 14 e 16 representam as densidades efetivas das partículas cerâmicas a 3,0 g/cc, 3,2 g/cc e 3,4 g/cc, respectivamente. Outras linhas, geralmente paralelas às linhas 12, 14 e 16 indicam densidades efetivas de partículas cerâmicas, 10 conforme marcado na no diagrama fásico. Nesse gráfico, a densidade mais baixa é aproximadamente de 2,7 g/cc e a densidade mais elevada é aproximadamente de 4,2 g/cc. A área sombreada 18 identifica a porção do diagrama que contém não mais do que 30 por cento em peso de  $\text{SiO}_2$ , 15 a 40 por cento em peso de óxidos de ferro e a densidade do material cerâmico é de 3,5 g/cc ou superior. Os 15 escoramentos que se encontram no interior da área a sombreado foram considerados como tendo boa resistência ao esmagamento, quando avaliados em termos de resistência ao esmagamento a 137,9 megapascal (MPa), que equivale a 20.000 20 psi.

Mostrado na Fig. 2 se encontra um fluxograma de um processo usado para o fabrico de uma partícula cerâmica sinterizada de acordo com a presente invenção. A etapa 20 25 representa a mistura de minério de bauxite com ingredientes secos, tais como ligantes e formadores de poros, e líquidos, tais como a água, para formar um pó de fluxo livre que pode ser referido aqui como uma mistura. Um ligante pode ser um ou mais materiais selecionados a partir 30 de amidos orgânicos, tais como amido de perfuração, bem

como gomas ou resinas que são vendidas comercialmente para tais efeitos. Um ligante também pode ser um material inorgânico tal como a lama ou um ácido. Os ligantes são normalmente adicionados em uma quantidade inferior a 10 por cento em peso do teor sólido seco da mistura e podem ser adicionados em seco ou na forma de solução. Na etapa 22, a mistura pode ser processada através de uma máquina, tal como uma misturadora Eirich R02, assim se formando pelo menos uma porção da mistura em um grande número de pequenas esferas que podem ser designadas aqui como precursores de partículas ou precursores de escoramentos. Os precursores de partículas que são úteis como escoramentos podem ser processados através de um aparelho de peneiração que inclui uma designação de crivo N°.8 ASTM, o qual tem aberturas com 2,36 mm, e uma designação de crivo N°. 70 ASTM, o qual tem aberturas de crivo com 212  $\mu$ m. Os escoramentos fluem através do crivo N°. 8 e não fluem através do crivo N°. 70. A etapa 24 representa a sinterização de precursores para melhorar a integridade física dos precursores em relação à integridade física dos precursores antes do aquecimento. Na etapa 26, os precursores da partícula podem ser aquecidos e uma força compressiva pode ser externamente aplicada sobre o precursor, desse modo produzindo uma variedade de partículas sinterizadas. Devido ao encolhimento que pode ocorrer durante o processo de sinterização, o diâmetro médio das partículas sinterizadas pode ser inferior ao diâmetro médio do precursor das partículas.

Os processos comerciais usados para o fabrico de escoramentos tipicamente usam um forno para sinterizar o estado frágil do escoramento à temperatura ambiente. O

forno pode ser um forno rotativo com forma tubular que permite que os escoramentos vacilem à medida que se movimentam de uma extremidade do forno para a extremidade oposta do forno. A temperatura máxima em um forno usada para fabricar escoramentos, compreendendo primeiramente alumínio, pode aproximar-se dos 1500°C. Por outro lado, para fabricar escoramentos à pressão atmosférica, os escoramentos com resistência ao esmagamento melhorada podem ser fabricados através da aplicação de uma força compressiva externamente aplicada no escoramento, durante o processo de fabrico do escoramento. A força compressiva externamente aplicada pode ser qualquer força que comprima uniformemente o escoramento a partir de todas as direções, no sentido do centro do escoramento. Um exemplo de uma técnica compressiva adequada é a pressão isostática. Uma modalidade específica de pressão isostática é a pressão isostática térmica, que utiliza gás aquecido para elevar a temperatura da partícula, para que a sinterização total ou parcial do material cerâmico possa ocorrer, e simultaneamente exercer uma força para o interior contra todos os pontos da superfície da partícula. A pressão isostática pode usar uma borracha flexível ou contentor elastomérico, normalmente conhecido como "usinagem", no interior do qual o artigo a ser pressionado é introduzido. A usinagem é então colocada em um recipiente contendo fluido hidráulico. A pressão hidrostática é então aplicada no fluido. O processo aplica pressão em uma maneira uniforme ao longo de toda a superfície do artigo, assim resultando no artigo com uma densidade uniforme. Uma abordagem alternativa é sinterizar sequencialmente e



comprimir os artigos. Em uma modalidade, os artigos, tais como precursores de escoramentos, são sinterizados e então é usada pressão isostática para aplicar pressão em todas as superfícies dos escoramentos. A etapa de sinterização  
5 melhora a integridade física dos escoramentos. Os escoramentos à base de bauxite podem ser sinterizados entre 1100°C e 1500°C. Outra abordagem alternativa é usar a pressão isostática para exercer uma força compressiva nos precursores de escoramento e então sinterizar as partículas  
10 comprimidas.

#### EXEMPLOS

Para demonstrar a resistência melhorada ao esmagamento dos escoramentos da presente invenção, foram concebidos cinco lotes de escoramentos, aqui identificados como Lotes A, B,  
15 C, D e E, e foram avaliados em termos de resistência ao esmagamento. A matéria-prima usada para conceber os escoramentos é mostrada no Quadro 1. O Lote A representa escoramentos comercialmente disponíveis que continham 9,5 por cento em peso de óxidos de ferro no escoramento  
20 sinterizado. Os Lotes B, C, D e E representam escoramentos com pelo menos 15 por cento em peso de óxidos de ferro, calculados como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  no escoramento sinterizado. Uma fonte comercialmente disponível de bauxite é disponibilizada pela Ferrous American Company de Littleton, Colorado, EUA. Uma  
25 quantidade de bauxite dessa companhia foi usada para fabricar os Lotes B, C, D e E. A composição dessa bauxite incluía 64,0 por cento em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 25,8 por cento em peso de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e 4,0 por cento em peso de  $\text{SiO}_2$ . O minério também continha 3,2 por cento em peso de  $\text{TiO}_2$  e vestígios,  
30 aqui designados como inferior a 1 por cento em peso, de

diversos outros componentes, tais como  $MgO$ ,  $CaO$ ,  $CeO_2$ , e  $MnO$ . Os Lotes A, B, C, D e E foram concebidos usando um processo de fabrico de escoramento convencional para formar uma variedade de pequenas esferas conhecidas aqui como

5 precursores de escoramentos ou precursores de partículas. O processo utilizou uma misturadora RV02 de alta densidade comercializada pela Eirich Machines, Inc. de Gurnee, Illinois, EUA. O processo incluiu a descarga da carga inicial de bauxite em uma misturadora estando tanto o

10 recipiente como o rotor em rotação. A velocidade do rotor foi definida a 80 por cento da velocidade máxima. Após 30 segundos, a água deionizada foi vertida em uma misturadora diretamente sobre a bauxite em rotação. Foram usados aproximadamente 30 segundos para distribuir a água sobre a

15 bauxite. A bauxite úmida foi deixada em rotação durante três minutos, durante os quais uma variedade de esferas foi formada. A velocidade do rotor foi então reduzida para a velocidade mínima, enquanto o recipiente continuava a rodar. O segundo carregamento de bauxite foi então

20 adicionado lentamente às esferas de bauxite em rotação. A adição lenta de bauxite levou aproximadamente três minutos e pode ser designada como "polvilhar" a bauxite. Após a conclusão do polvilhamento da bauxite, o recipiente continuou a rodar durante aproximadamente 20 segundos. As

25 esferas de bauxite que tinham sido revestidas com uma camada de bauxite foram removidas da misturadora e podem ser designadas como precursores de escoramento ou precursores de partícula. Os precursores nos lotes A, B, C e D foram então sinterizados em um forno rotativo a uma

30 pressão atmosférica. Somente os precursores no lote E foram

realizados em um processo que incluía a aplicação de uma força compressiva externamente aplicada sobre o precursor de escoramento. A técnica usada para aplicar a força compressiva externamente aplicada é conhecida como compressão isostática térmica. Os precursores de partícula no lote E foram sinterizados a 1250 °C. Os precursores sinterizados foram então simultaneamente comprimidos a 352 kg/cm<sup>2</sup> (5000 psi) e aquecidos a 1200 °C. O aquecimento dos precursores sinterizados a 1200 °C ao mesmo tempo da aplicação da força compressiva ajudou a evitar o crescimento de grãos durante a etapa de compressão. Para os lotes A, B e C, foi usado o peneiramento para limitar a granulometria das partículas que passaram através de um crivo com aberturas de 20 malhas e não passaram através de um crivo com aberturas de 40 malhas. Os lotes D e E foram peneirados para limitar a granulometria das partículas que passaram através de um crivo com aberturas de 30 malhas e não passaram através de um crivo com aberturas de 50 malhas.

20

**Quadro 1**

		Lotes				
Ingrediente	Óxidos de Ferro	A	B	C	D	E*
Bauxite (primeiro carregamento)	Óxido de ferro superior a 15% em peso		57,12%	57,12%	57,12%	57,12%
	Óxido de ferro inferior a 15% em peso	57,12%				
Amido de		1,14%	1,14%	1,14%	1,14%	1,14%

perfuração						
Água deionizada		27,42%	27,42%	27,42%	27,42%	27,42%
Bauxite (segundo carregamento)	Óxido de ferro superior a 15% em peso		14,28%	14,28%	14,28%	14,28%
	Óxido de ferro inferior a 15% em peso	14.28%				
Distribuição granulométrica do escoramento		20/40	20/40	20/40	30/50	30/50

\* Os percursos foram sinterizados e depois comprimidos usando uma compressão térmica isostática

A Fig. 3 é uma linha da resistência ao esmagamento contra a pressão nos lotes A, B, C, D e E. A linha 28 (Lote A) representa a resistência ao esmagamento de uma bauxite sinterizada comercialmente disponível que continha 9,5 por cento em peso de óxidos de ferro, calculados como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Após exposição a 86,2 MPa (12.500 psi), aproximadamente 5,5 por cento em peso do escoramento foi esmagado em minério miúdo. A linha 30 (Lote B) e a linha 32 (Lote C) representam a resistência ao esmagamento de descargas duplas de um escoramento que tinha 25,8 por cento em peso de óxidos de ferro calculados como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e uma granulometria de 20/40. A 103 MPa (15.000 psi), uma média de 4,5 por cento em peso desse escoramento foi esmagada em minério miúdo que é melhor do que a resistência ao esmagamento de escoramentos comercialmente disponíveis a 86,2 MPa (12.500 psi) (ver linha 28). A linha 34 (Lote D) e a linha 36 (Lote

E) representam a resistência ao esmagamento de um escoramento que tinha 25,8 por cento em peso de óxidos de ferro calculados como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e uma granulometria de 30/50. A 137,9 MPa (20.000 psi), a resistência ao esmagamento média dos escoramentos nos lotes D e E foi de aproximadamente 3,5 por cento, o que é muito melhor do que a resistência ao esmagamento dos escoramentos que contêm menos de 15 por cento em peso de óxido de ferro a 86,2 MPa (12.500 psi) (ver linha 28). Os dados demonstram que os escoramentos efetuados com mais do que 15 por cento em peso de óxidos de ferro (lotes B, C, D e E) tinham melhor resistência ao esmagamento do que os escoramentos no lote A que tinha menos do que 15 por cento em peso de óxidos de ferro. Para além disso, os escoramentos no Lote E proveram a melhor resistência ao esmagamento.

A descrição em cima é considerada como pertencendo apenas a modalidades particulares apenas. As modificações da invenção irão ocorrer aos peritos na técnica e aos que fizerem uso da invenção. Portanto, entende-se que as modalidades mostradas nos desenhos e descritas em cima são meramente para efeitos ilustrativos e não pretendem limitar o escopo da invenção, que é definido pelas reivindicações que se seguem, tal como interpretadas de acordo com os princípios do Código de Patentes.

### **REIVINDICAÇÕES**

1. Uma partícula sinterizada compreendendo material cerâmico, **caracterizada pelo fato de** o referido material cerâmico compreender óxidos de alumínio, ferro e silício; os referidos óxidos de silício, calculados como  $\text{SiO}_2$ , representarem não mais do que 30 por cento em peso do peso combinado dos referidos óxidos; os referidos óxidos de ferro, calculados como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , representarem entre 20 e 30 por cento em peso do peso combinado dos referidos óxidos; e a densidade efetiva do material cerâmico exceder  $3,5 \text{ g/cm}^3$ .

2. A partícula sinterizada de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** o peso combinado dos referidos óxidos exceder os 50 por cento em peso do peso total das referidas partículas cerâmicas.

3. A partícula sinterizada de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** os referidos óxidos de alumínio, calculados como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , representarem entre 50 e 85 por cento em peso do peso combinado dos referidos óxidos.

4. A partícula sinterizada de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** os referidos óxidos de silício, calculados como  $\text{SiO}_2$ , representarem entre 1 e 10 por cento em peso do peso combinado dos referidos óxidos.

5. A partícula sinterizada de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** a densidade efetiva do referido material cerâmico exceder  $4,0 \text{ g/cm}^3$ .

6. A partícula de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** a densidade efetiva do referido material cerâmico exceder  $4,5 \text{ g/cm}^3$ .

7. A partícula de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato de** a referida partícula ter uma porosidade superior a 2 por cento e inferior a 40 por cento.

8. A partícula de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5, 6, ou 7, **caracterizada pelo fato de** a gravidade específica da referida partícula ser inferior a 2,8.

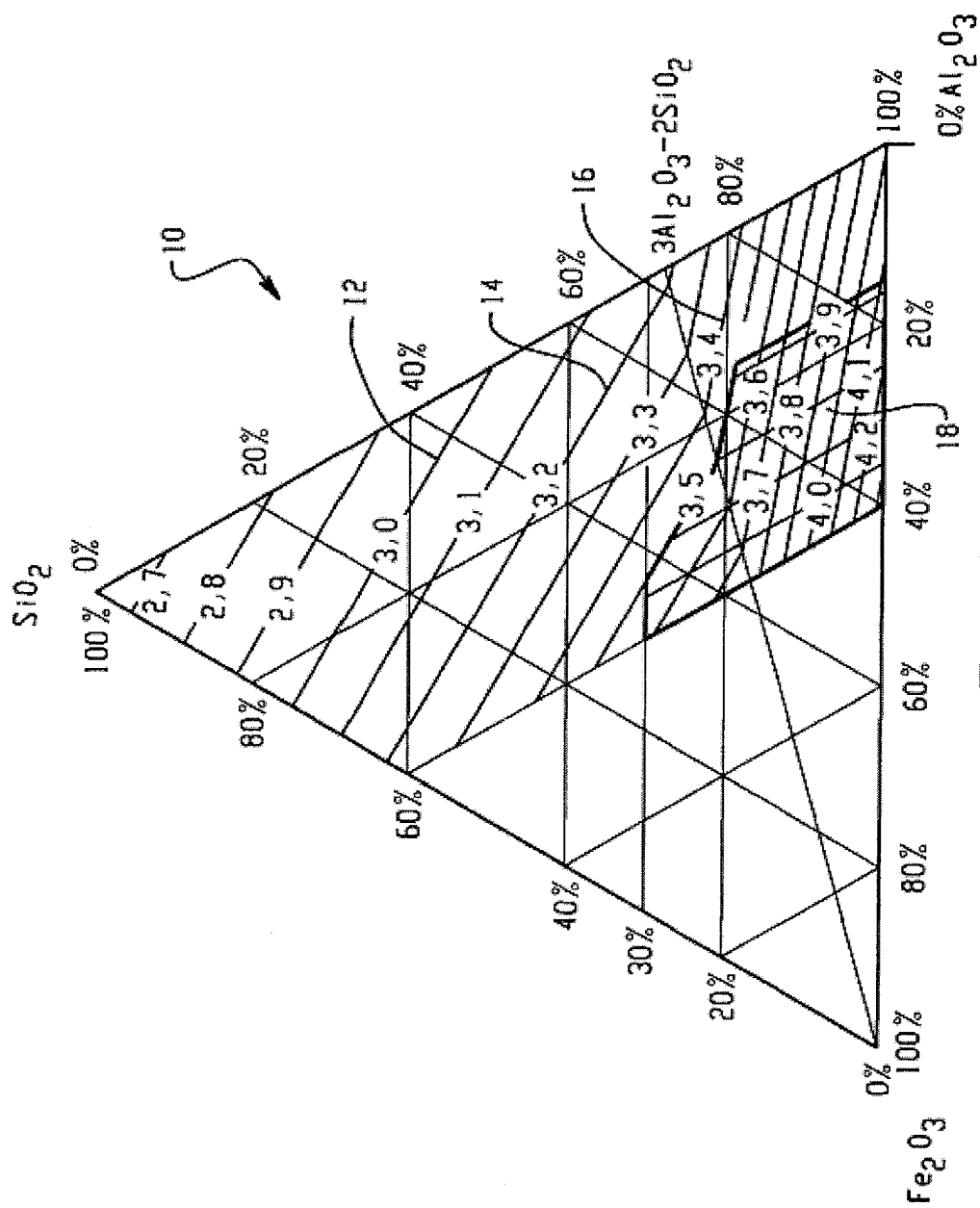
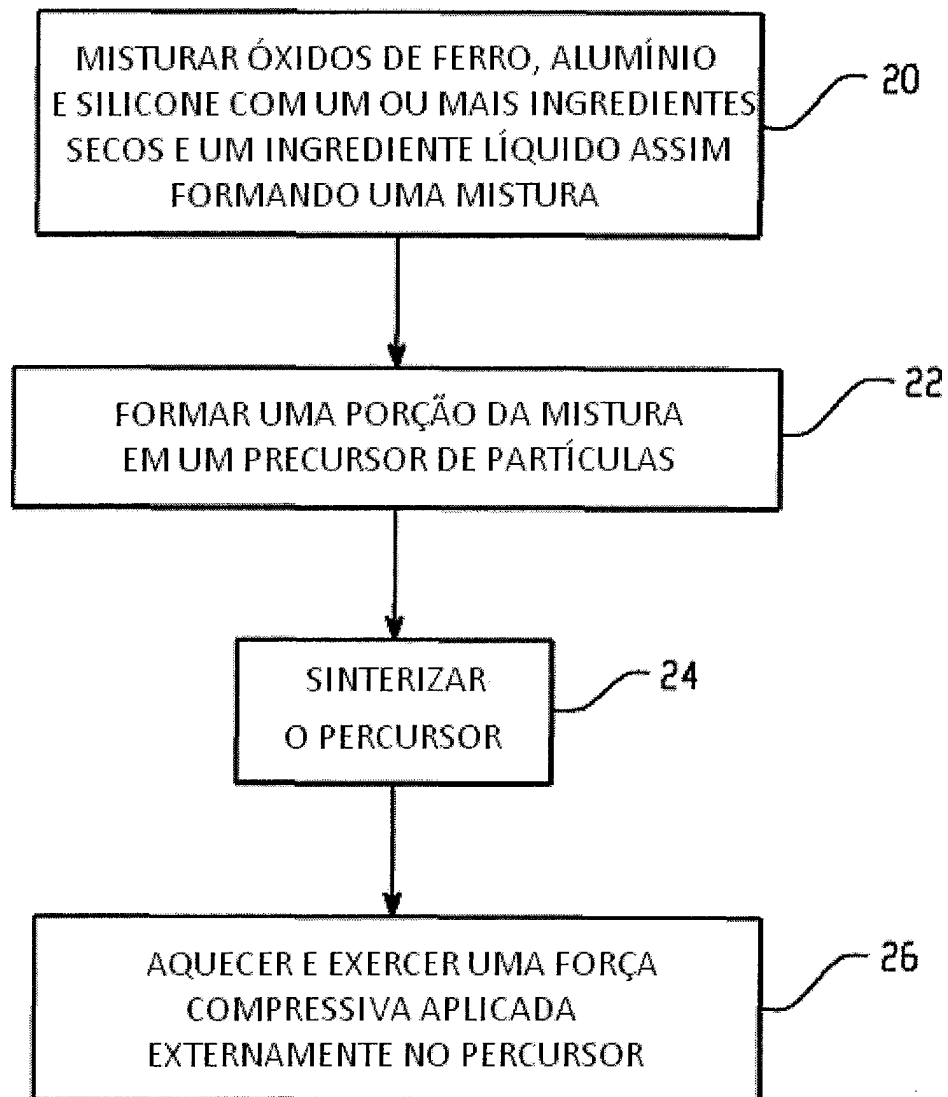


Fig. 1

*Fig. 2*



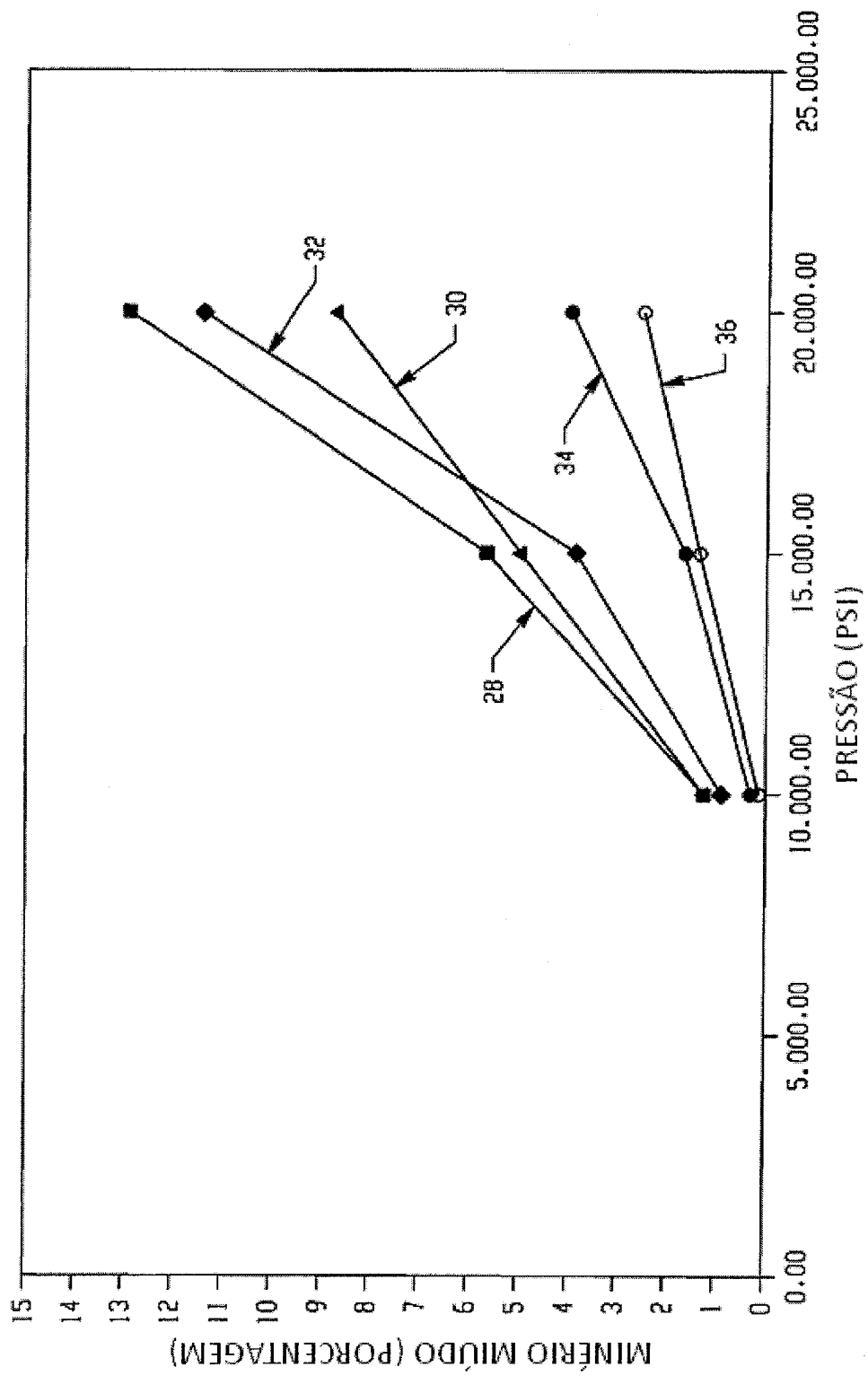


Fig. 3