



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 112012019714-2 A2



(22) Data do Depósito: 08/02/2011

(43) Data da Publicação Nacional: 18/08/2020

(54) Título: POPULAÇÃO DE PARTICULAS DE CERÂMICA E PROCESSO PARA FABRICAR A MESMA

(51) Int. Cl.: C04B 35/01; C04B 35/622; C04B 35/14.

(30) Prioridade Unionista: 10/02/2010 US 61/303,097.

(71) Depositante(es): SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC..

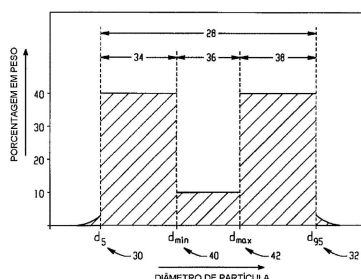
(72) Inventor(es): WALTER T. STEPHENS; KEVIN R. DICKSON; TIHANA FUSS; IAN JAEGER; DANNY LOUIS MICHELSON; SUCHIRA SEN; THOMAS SZYMANSKI.

(86) Pedido PCT: PCT US2011023957 de 08/02/2011

(87) Publicação PCT: WO 2011/100203 de 18/08/2011

(85) Data da Fase Nacional: 07/08/2012

(57) Resumo: POPULAÇÃO DE PARTÍCULAS DE CERÂMICA E PROCESSO PARA FABRICAR A MESMA É revelada uma população de partículas de cerâmica que inclui uma pluralidade de partículas individuais de fluxo livre. A pluralidade tem uma distribuição de tamanho de partícula e peso total. A largura eficaz da distribuição é a diferença entre os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 da distribuição. A largura eficaz da distribuição excede 100 microns e inclui três regiões de não sobreposição e em contiguidade que incluem uma primeira região, uma segunda região e uma terceira região. A primeira região está em contiguidade com a segunda região e a segunda região está em contiguidade com a terceira região. A largura da segunda região é pelo menos 25% da largura eficaz. O peso das partículas na segunda região não excede 15% do peso total da pluralidade de partículas. Cada peso das partículas na primeira região e na terceira região excede o peso das partículas na segunda região. Métodos para fazer as populações de partículas de cerâmica também são revelados.



Relatório Descritivo do pedido de patente de Invenção para
"POPULAÇÃO DE PARTÍCULAS DE CERÂMICA E PROCESSO PARA
FABRICAR A MESMA"

REFERÊNCIA CRUZADA AO PEDIDO RELACIONADO

- 5 Este pedido reivindica o benefício do Pedido de Patente nº
U.S. 61/303.097 depositado em 10 de fevereiro de 2010.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Populações de partículas de cerâmica podem ser usadas em
uma ampla variedade de processos industriais incluindo, por
10 exemplo: meio abrasivo; como um revestimento granular para
asfalto com base em lascas de telhado; como meio de
filtração para líquidos; como um substituto para areia em
processos de fundição de investimento; e como propantes em
uma operação de perfuração de fundo de poço em que as
15 partículas de cerâmica podem ser referidas como propantes.
Os propantes feitos a partir das partículas de cerâmica
podem ser usados em poços fundos onde a pressão exercida no
propante de cerâmica excede a resistência ao esmagamento de
propantes convencionais tal como areia e areia revestida
20 por resina.

Os exemplos de patentes e pedidos de patente publicados
direcionados aos propantes incluem: US 3.376.930; US
4.632.876; US 7.067.445; US 7.528.096; US 2006/0177661 e US
2008/0000638.

25 **SUMÁRIO**

As modalidades da presente invenção incluem populações de
partículas que têm certas características para melhorar a
resistência ao esmagamento, condutividade e resistência ao
assentamento enquanto também diminui os custos de
30 fabricação para o produtor das partículas de cerâmica. As

populações de partículas de cerâmica descritas na presente invenção podem ser criadas com o uso de um equipamento convencional e matérias-primas.

Uma modalidade da presente invenção compreende populações
5 de partículas de cerâmica que compreendem uma pluralidade de partículas individuais de fluxo livre. A pluralidade de partículas que tem um peso total e distribuição de tamanho de partícula incluindo os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 . A distribuição tem uma largura eficaz que é a diferença entre
10 os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 da distribuição. A largura eficaz da distribuição excede 100 microns e compreende três regiões de não sobreposição e em contiguidade incluindo uma primeira região, uma segunda região e uma terceira região. A primeira região está em contiguidade com a segunda região
15 e a segunda região está em contiguidade com a terceira região. A largura da segunda região é pelo menos 25% da largura eficaz. O peso das partículas na segunda região não excede 15% do peso total da população e cada peso das partículas na primeira região e na terceira região excede o
20 peso das partículas na segunda região.

Outra modalidade da presente invenção refere-se a um processo para fabricar uma população de partículas de cerâmica. O processo pode incluir as seguintes etapas. Fornecer uma população inicial de partículas que tem uma
25 distribuição de tamanho de partícula e peso total. Separar a população inicial of partículas em pelo menos três porções, identificadas na presente invenção como porção A, porção B e porção C em que o d_{50} da porção A é menos que o d_{50} da porção B que é menos que o d_{50} da porção C. Combinar
30 a porção A e a porção C através disso criando uma população

final de partículas que tem um peso total e distribuição de tamanho de partícula incluindo os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 . A distribuição de população inicial é a diferença entre os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 da distribuição. A largura eficaz da distribuição excede 100 microns e compreende três regiões de não sobreposição e em contiguidade incluindo uma primeira região, uma segunda região e uma terceira região. A primeira região está em contiguidade com a segunda região e a segunda região está em contiguidade com a terceira região. A largura da segunda região é pelo menos 25% da largura eficaz. O peso das partículas na segunda região não excede 15% do peso total da população final e cada peso das partículas na primeira região e na terceira região excede o peso das partículas na segunda região.

Outra modalidade refere-se a outro processo para fabricar uma população de partículas de cerâmica. O processo pode compreender as seguintes etapas. Fornecer uma primeira população de partículas e uma segunda população of partículas em que o d_{90} da primeira população é menos que o d_{10} da segunda população. Combinar a primeira população e a segunda população através disso criando uma população final que tem um peso total e distribuição de tamanho de partícula incluindo os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 . A distribuição tem uma largura eficaz que é a diferença entre os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 da distribuição. A largura eficaz da distribuição excede 100 microns e compreende três regiões de não sobreposição e em contiguidade incluindo uma primeira região, uma segunda região e uma terceira região. A primeira região está em contiguidade com a segunda região

e a segunda região está em contiguidade com a terceira região. A largura da segunda região é pelo menos 25% da largura eficaz. O peso das partículas na segunda região não excede 15% do peso total da população final e cada peso das partículas na primeira região e na terceira região excede o peso das partículas na segunda região.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

A Figura 1 é um primeiro gráfico da porcentagem em peso versus o diâmetro de partícula;

10 A Figura 2 é um primeiro fluxograma de processo;

A Figura 3 é um segundo gráfico da porcentagem em peso versus o diâmetro de partícula;

A Figura 4 é um segundo fluxograma de processo;

DESCRIÇÃO DETALHADA

15 Conforme usado na presente invenção, a frase "população de partículas de cerâmica" é usada como uma descrição geral de uma pluralidade de partículas de cerâmica individuais de fluxo livre. Os termos tais como propante, grãos abrasivos e grânulos de cobertura descrevem populações de partículas
20 de cerâmica que são destinadas ao uso em aplicações específicas.

Conforme usado na presente invenção, os termos "propante" ou "propantes" podem ser usados alternadamente para identificar uma grande quantidade de partículas de cerâmica
25 que são tipicamente misturadas com um fluido de fratura e, então, inseridas vigorosamente em um furo de poço. As partículas, que podem ter um diâmetro médio entre 200 microns e 2,4 mm, tornam-se alojadas em fissuras criadas na formação geológicas pelo fluido de fratura. Após o fluido
30 de fratura ter sido retirado, as partículas permanecem nas

fissuras. Conforme os fluidos localizados próximos ao furo de poço drenam através das fissuras, para o poço e são, então, bombeados para a superfície do poço, as partículas individuais sustentam as passagens abertas através das fissuras através disso permitindo que fluidos adicionais preencham os poços. O uso de propantes pode melhorar o desempenho econômico do poço permitindo a captura de mais fluido do que seria possível se os propantes não fossem usados no mesmo poço.

- 10 A fim de fabricar grandes quantidades de partículas de cerâmica tais como propantes, os fabricantes comerciais de propantes artificiais podem usar misturadores do tipo tabuleiro giratório grande para misturar ingredientes secos com ingredientes úmidos e, então, formar uma grande
- 15 quantidade de partículas moldadas esfericamente deformáveis manualmente que podem ser referidas como barro verde. O barro verde, antes de qualquer processamento adicional tal como classificação ou aquecimento, pode ser referido na presente invenção como a população original de partículas.
- 20 Em relação aos ingredientes secos usados para fazer o barro verde, os materiais iniciais adequados incluem óxidos tais como óxidos de alumínio, óxidos de silício, óxidos de magnésio e misturas dos mesmos. Outros materiais iniciais exemplificativos incluem argilas (que são predominantemente
- 25 alumina hidratada), tal como caulim, argila diásporo, argila nodular e argila tipo sílex, argila bauxítica, bauxitas naturais ou sintéticas, alumino-silicatos, silicatos de magnésio, misturas dos mesmos e similares. Vários auxiliares de sinterização, tal como argila de
- 30 bentonita, óxido de ferro, boro, carboneto de boro,

diboreto de alumínio, nitreto de boro, fosforeto de boro, outros compostos de boro ou fluxos, tal como carbonato de sódio, carbonato de lítio, feldspato, óxido de manganês, titânia e silicatos de sódios podem ser adicionados em quantidades de até cerca de dez por cento em peso para auxiliar a sinterização. Se desejado, um aglutinante pode ser adicionado à mistura para melhorar a formação de partícula e para aumentar a força do barro verde. Geralmente o aglutinante é adicionado a cerca de 0 a 6 por cento em peso com base no peso dos óxidos. Os materiais de aglutinante adequados incluem amido, resina ou cera, carbonato de cálcio ou uma combinação dos mesmos. Os ingredientes secos podem ser moídos por um moinho de esferas ou outros processos de atrito. Antes da moagem, os ingredientes secos podem ser secos para melhorar a facilidade da moagem.

Em uma modalidade, os ingredientes secos podem ser combinados com um ingrediente úmido, tal como água e misturados em um misturador em um misturador intensivo que tem um vaso de contenção giratório fornecido com uma tabela de rotor e um impulsor de impacto giratório, tal como um misturador Eirich. A tabela de rotor ou tabuleiro gira em sentido oposto ao impulsor de impacto. O impulsor de impacto pode ser na forma de um disco com hastes ou barras presas ao disco e alinhadas geralmente paralelas com o eixo geométrico de rotação do impulsor. Água suficiente é necessária para fazer com que as partículas essencialmente esféricas da mistura se formem. Após tais partículas se formarem, pó de cerâmica adicional pode ser adicionado e o misturador pode ser operado adicionalmente para causar o

acrécimo do material adicionado às partículas sendo formadas. O barro verde resultante é, então, seco usualmente em uma secadora a entre cerca de 100°C e cerca de 300°C, para um teor de umidade de menos que cerca de 10 por cento em peso.

Em processos convencionais a distribuição dos diâmetros de partícula produzidos pelo aglomerador é tão ampla que a distribuição inclui partículas que são superdimensionadas e partículas que são subdimensionadas assim como partículas que são dimensionadas apropriadamente para o uso em um furo de poço. As partículas superdimensionadas podem ser muito grandes para funcionar como um propante porque as mesmas são difíceis de colocar na formação geológica. Os propantes subdimensionados podem ser muito pequenos para funcionar como um propante porque os mesmos tendem a preencher os espaços vazios entre outras partículas de propante dimensionadas apropriadamente e através disso reduzem a condutividade de um fluido através do pacote de propante. Consequentemente, os fabricantes de propante tipicamente removem as partículas superdimensionadas e subdimensionadas a fim de produzir um propante comercialmente viável que tem condutividade aceitável e resistência ao esmagamento. Entretanto, conforme a largura da distribuição de tamanho de partícula é diminuída eliminando-se as partículas superdimensionadas e subdimensionadas, as partículas que permanecem na distribuição tendem a formar uma distribuição monomodal com melhor condutividade que a população original, mas o esmagamento pode aumentar além de um nível aceitável. As partículas superdimensionadas e subdimensionadas são removidas da população original

permitindo-se que as partículas fluam através de uma série de telas. Cada tela contém uma pluralidade de orifícios dimensionados e moldados uniformemente que permitem que as partículas menores do que a abertura de orifício da tela fluam através da tela e previne as partículas maiores que a abertura de orifício da tela de passarem através da mesma. Conforme explicado acima, se o processo de fabricação de propante não puder controlar o diâmetro das partículas de propante individuais tão estreitamente quanto o desejado, o processo de triagem pode precisar desviar e, então, reciclar quantidades maiores da população de propante original que são muito grandes ou muito pequenas. Em algumas operações comerciais, até 30 por cento em peso dos propantes são removidos durante o processo de triagem e, então, retornados ao início do processo de fabricação de propante onde os mesmos podem ser recuperados. Os processos de fabricação de propante que rendem menos que 70 por cento em peso de produto utilizável em uma única passagem através do mesmo são conhecidos. Enquanto o material reciclado pode ser recuperável através disso evitando uma perda econômica significativa no custo de material, o trabalho envolvido na fabricação e recuperação de 30 por cento em peso do barro verde é um ônus econômico que aumente ultimamente o custo de produzir o propante.

O barro verde seco e triado pode, então, ser aquecido em uma fornalha a uma temperatura elevada, tal como 1.000°C ou mais alto, através disso sinterizando e/ou ligando os grãos aglomerados de ingredientes secos um ao outro e formado partículas de propante resistentes ao esmagamento, porosas.

As temperaturas de sinterização adequadas são geralmente de

cerca de 1.200°C e podem ser tão altas quanto 1.500°C.

Conforme será explicado abaixo, uma modalidade de um processo desta invenção reduz os custos de produzir o propante separando-se uma quantidade inicial de partículas em pelo menos três porções, que são identificadas na presente invenção como porção A, porção B, porção C e, então, combinando a porção A com a porção C através disso criando uma população de propante final. A porção B pode ser vendida como um produto separado sem processamento adicional. As economias nos custos de trabalho associadas a melhorar substancialmente o rendimento do processo de fabricação podem melhorar significativamente o desempenho econômico do processo de fabricação de propante.

Os propantes podem ser caracterizados com o uso de uma ou mais características físicas incluindo a distribuição de tamanho de partícula. Conforme usado na presente invenção, a distribuição de tamanho de partícula é determinada com o uso de um analisador de tamanho de partícula óptico CAMSIZER[®] que é fabricado pela Retsch Technology na Alemanha. O analisador de tamanho de partícula fornece um gráfico de distribuição de tamanho de partícula que pode indicar inúmeras métricas de tamanho de partícula, tal como d_{50} , que é usado para identificar o diâmetro de partícula que é menos que 50 por cento dos diâmetros das partículas e maior que 50 por cento dos diâmetros das partículas. Similarmente, d_5 identifica o diâmetro de partícula que é menos que 95 por cento dos diâmetros das partículas e maior que 5 por cento dos diâmetros das partículas. Para qualquer distribuição, valores similares podem ser calculados para outras métricas de tamanho de partícula tal como d_{10} , d_{25} ,

d₇₅ e d₉₀.

Outra característica física importante usada para descrever os propantes é a condutividade que pode ser geralmente descrita como uma medida da resistência que o propante exerce em um fluido conforme o fluido se move através do propante. A condutividade é determinada com o uso do procedimento descrito em ISO 13503-5.

Ainda outra característica importante é uma capacidade do propante de resistir ao esmagamento. A resistência ao esmagamento é um termo comumente usado para denotar a força de um propante e pode ser determinada com o uso de ISO 13503-2. Um propante forte gera um percentual em peso menor de propante esmagado que um propante fraco no mesmo estresse de fechamento. Por exemplo, sob as mesmas condições de teste, um propante que tem um propante esmagado de 2 por cento em peso é considerado como sendo um propante forte e é preferencial a um propante fraco que tem um propante esmagado de 10 por cento em peso.

Quando os propantes são usados nas operações de perfuração, as partículas são misturadas com um fluido que é, então, vigorosamente bombeado no fundo do poço. Conforme o fluido e as partículas que entraram no mesmo são bombeados para o poço, algumas das partículas tendem a assentar a uma taxa mais rápida que outras partículas na mesma população de partículas. A profundidade do poço pode impactar o grau de separação com poços rasos (isto é, menos que 2.000 metros) que experimentar menos separação que poços profundos (isto é, maior que 4.000 metros) se a mesma mistura de fluido de fratura e propante for usada em cada poço. Esse fenômeno pode ser referido na presente invenção como o "problema de

assentamento de propante" que é um problema amplamente reconhecido e persistente para as companhias que usam os propantes como parte de seus processos para fraturar formações geológicas. O problema de assentamento de propante pode levar a pequenas partículas se acumulando em uma localização dentro da zona de fratura enquanto que as partículas grandes se acumulam em uma segunda localização dentro da zona de fratura. O assentamento não controlado de partículas dentro da zona de fratura pode diminuir a eficácia do propante e através disso diminuir o desempenho econômico do poço. Os inventores desta invenção reconheceram que esse problema poderia ser substancialmente reduzido ou eliminado coordenando-se a seleção das características físicas dos propantes, tal como distribuição de tamanho de partículas e gravidade específica e as composições químicas de modo que a maioria das partículas se assente aproximadamente na mesma taxa. Misturar uma primeira população de propante que tem um primeiro tamanho de partícula médio e gravidade específica com uma segunda população de propante que tem um tamanho de partícula médio diferente e gravidade específica de modo que todas as partículas na população final of partículas se assentem aproximadamente na mesma taxa, mas substancialmente resolvem o problema de assentamento de propante.

Os inventores desta invenção também reconheceram que coordenar a seleção de uma primeira população de propante que tem um tamanho de partícula conhecido e gravidade específica com uma segunda população de propante que tem um tamanho de partícula conhecido e/ou gravidade específica

que é diferente do tamanho de partícula e gravidade específica da primeira população de propante pode ser usado para criar intencionalmente um espectro de taxas de assentamento que podem ser usadas para causar uma diferença controlável e benéfica nas taxas em que as partículas se assentam. Por exemplo, partículas pequenas que têm uma gravidade específica alta podem ser feita para assentar muito mais rapidamente que as partículas grandes que têm uma gravidade específica baixa. Se desejado, a diferença no assentamento pode ser acentuada de modo que a maioria das partículas pequenas entre nas fraturas na formação geológica e percorra tão longe quanto possível para as fissuras antes que as partículas maiores possam alcançar a abertura da fissura. Inserir seletivamente as partículas menores e, então, as partículas maiores pode ser desejável porque isso pode levar à prevenção do refluxo de partícula que é a remoção indesejada das partículas das fissuras conforme o fluido de fratura é removido.

É mostrado na Figura 1 o gráfico de porcentagem em peso versus diâmetro para a população de partículas de cerâmica de uma modalidade desta invenção. A largura eficaz da distribuição, veja a seta 28, é definida na presente invenção como a distância entre o tamanho de partícula d_5 , veja a seta 30 e o tamanho de partícula d_{95} , veja a seta 32. Conforme anteriormente descrito, os d_5 e d_{95} da distribuição de tamanho de partícula podem ser determinados com o uso de um analisador de tamanho de partícula óptico. Dentro da largura eficaz há pelo menos três regiões de não sobreposição e em contiguidade incluindo a primeira região 34, a segunda região 36 e a terceira região 38. A primeira

região está em contiguidade com a segunda região e a segunda região está em contiguidade com a terceira região. Cada um dentre o peso das partículas na primeira região e na terceira região excede o peso das partículas na segunda região. Na Figura 1, o peso das partículas nas primeira e terceira regiões é 40 por cento do peso total da população e o peso das partículas na segunda região é 10 por cento. Em relação ao tamanho de partícula médio, também referido na presente invenção como o d_{50} , o d_{50} da primeira região é inerentemente menos que o d_{50} da segunda região que é inerentemente menos que o d_{50} da terceira região. Ademais, a largura da segunda região, que é definida como a diferença entre o tamanho de partícula d_{min} , veja a seta 40 e d_{max} , veja a seta 42, é aproximadamente 25% da largura da largura eficaz 28.

Em relação às porcentagens em peso da primeira, segunda e terceira regiões, uma população de partículas de cerâmica desta invenção pode ter uma primeira região e uma terceira região que são individualmente entre 5 e 85 por cento em peso do peso total da população fornecidas o total da primeira e terceira regiões não excede 90%. A segunda região não excede 15 por cento em peso do peso total da população. Em algumas modalidades, a segunda região pode ser responsável por não mais do que 10 por cento em peso, 5 por cento em peso ou mesmo 0 por cento em peso do peso total da população. As porcentagens em peso da primeira ou terceira regiões entre 5 e 85, tal como 15, 35, 40,0, 63,5 e 75,7 são também viáveis. Similarmente, as porcentagens em peso da segunda região entre 0 e 15, tal como 3,0, 6,2, 9,5 e 12,1 são viáveis.

Os limites das primeira, segunda e terceira regiões mostrados na Figura 1 são definidos para o uso na presente invenção conforme segue. A primeira região se estende do d_5 da população para o $d_{\min}$ da segunda região. A terceira
5 região se estende do $d_{\max}$ da segunda região para o d_{95} da população. A segunda região existe entre a primeira região e a terceira região através disso ocupando a região entre o $d_{\min}$ e o $d_{\max}$. Para uma população de partículas de cerâmica particular, o $d_{\min}$ e o $d_{\max}$ são os tamanhos de partícula que
10 definem cooperativamente uma região que simultaneamente:
(1) ocupa pelo menos 25% da largura da distribuição entre seus tamanhos de partícula d_5 e d_{95} ; (2) cada porcentagem em peso das partículas na primeira região e na terceira região excede a porcentagem em peso de partículas na segunda
15 região; e (3) a porcentagem em peso das partículas na segunda região não excede 15 por cento em peso do peso total da população. Os limites da segunda região (isto é, os tamanhos de partícula que correspondem ao $d_{\min}$ e $d_{\max}$) podem ser determinados pelo uso de um analisador de tamanho
20 de partícula para determinar o diâmetro de partículas na população de partículas e, então, com o uso de peneiras para determinar a porcentagem em peso de partículas entre os diâmetros de partícula selecionados.

É mostrado na Figura 2 um fluxograma de um processo que
25 pode ser usado para produzir uma modalidade de uma população de partículas de cerâmica desta invenção. A etapa
50 representa fornecer uma quantidade inicial de partículas que tem um peso total e distribuição de tamanho de partícula. A quantidade inicial pode ter uma distribuição
30 de tamanho de partícula monomodal ou multimodal e pode ser

produzida com o uso de matérias-primas e equipamento convencional, tal como secadores por aspersão, misturadores de cisalhamento de alta intensidade e aglomeradores de tabuleiros que são conhecidos por versados na técnica de fabricação de propante. Na etapa 52, a quantidade inicial de partículas é separada na porção A, porção B e porção C que são identificadas na Figura 2 por números de parte 54, 56 e 58, respectivamente. O d_{50} da porção A é menos que o d_{50} da porção B que é menos que o d_{50} da porção C. A separação da quantidade inicial em três porções pode ser feita com o uso de um sistema de classificação de ar, um separador ciclônico ou um mecanismo de triagem. A etapa 60 representa combinar a porção A com a porção C para criar uma população de partículas de cerâmica final 62 que não inclui a porção B. As partículas na porção B podem ser vendidas sem triagem adicional ou outra modificação através disso evitando os custos associados com a recuperação de 25 por cento ou mais das partículas da quantidade inicial de partículas de cerâmica.

A Figura 3 revela uma distribuição de tamanho de partícula hipotética de uma pluralidade de partículas de cerâmica que poderia ser fabricada pelo processo revelado na Figura 2 em que, após a quantidade inicial de partículas ser dividida em uma porção A, porção B e porção C, as porções A e C foram combinadas através disso criando a população de partículas de cerâmica final que tem a distribuição de tamanho de partícula revelada na Figura 3. A população de partículas de cerâmica final tem um peso total e uma distribuição de tamanho de partícula incluindo os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 . A largura eficaz da distribuição, que

é a diferença entre os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 da distribuição, excede 100 microns e compreende três regiões de não sobreposição e em contiguidade incluindo a primeira região 34 que está em contiguidade com a segunda região 36 que está em contiguidade com a terceira região 38. A largura da segunda região é pelo menos 25% da largura eficaz e o peso das partículas na segunda região não excede 15% do peso total da população final. Ademais, cada um dentre o peso das partículas na primeira região e na terceira região excede o peso das partículas na segunda região.

Outro processo para fabricar uma modalidade da invenção do requerente será escrito com referência à Figura 4 em que a etapa 80 representa fornecer uma primeira quantidade de partículas que tem um tamanho de partícula d_{90} . A etapa 82 representa fornecer uma segunda quantidade de partículas que tem uma distribuição de tamanho de partícula que tem um tamanho de partícula d_{10} . As primeira e segunda quantidades de partículas são selecionadas de modo que o d_{90} da primeira quantidade seja menos que o d_{10} da segunda quantidade. Na etapa 84, as primeira e segunda quantidades são, então, misturadas para criar uma população de partículas de cerâmica final. A população final tem uma distribuição de tamanho de partícula incluindo os tamanhos de partícula d_5 e d_{95} . A distribuição de população inicial é a diferença entre os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 . A largura eficaz excede 100 microns e compreende três regiões de não sobreposição e em contiguidade incluindo uma primeira região que está em contiguidade com a segunda região que, por sua vez, está em contiguidade com a

terceira região. Cada um dentre o peso das partículas na primeira região e na terceira região excede o peso das partículas na segunda região. A largura da distribuição de tamanho de partícula da segunda região é pelo menos 25% de uma largura eficaz da largura da população final.

Em relação ao processo revelado na Figura 4, a primeira quantidade de partículas tem uma gravidade específica média e distribuição de tamanho de partícula. A segunda quantidade de partículas tem uma gravidade específica média e distribuição de tamanho de partícula. Em algumas modalidades, a gravidade específica média das partículas na segunda quantidade pode ser pelo menos 10% menos que a gravidade específica média das partículas na primeira quantidade. Se desejado, a gravidade específica média das partículas na segunda quantidade pode ser 15%, 20% ou mesmo 25% menos que a gravidade específica média das partículas na primeira quantidade. Coordenando-se a seleção da distribuição de tamanho de partículas e gravidades específicas médias, a primeira quantidade de partículas pode ser feita para assentar aproximadamente na mesma taxa que a segunda quantidade de partículas. Em algumas modalidades, controlar a gravidade específica média da segunda quantidade de partículas a pelo menos 10 por cento em peso menos que a gravidade específica média da primeira quantidade de partículas irá mitigar substancialmente ou prevenir o assentamento de partícula indesejável.

Se como no processo revelado na Figura 4 duas populações diferentes de partículas forem combinadas para fabricar uma modalidade de uma população de partículas de cerâmica desta invenção, então ambas as características física (isto é,

gravidade específica e distribuição de tamanho de partícula) e química (isto é, composições) das primeira e segunda quantidades podem ser independentemente selecionadas para criar uma população final. Por exemplo, em uma modalidade a população de partículas de cerâmica desta invenção pode ter uma distribuição de tamanho de partícula que tem a primeira região 34, a segunda região 36 e a terceira região 38 conforme mostrado na Figura 3. Nessa modalidade não há nenhuma partícula na segunda região. As partículas na primeira região 34 podem ser quimicamente idênticas às partículas na terceira região 38. Alternativamente, as partículas na primeira região podem ter uma primeira composição química e as partículas na terceira região podem ter uma segunda composição química que é quimicamente distinta da primeira composição química. Conforme usado na presente invenção, duas composições químicas são consideradas como sendo "quimicamente distintas" se: (1) as composições não contiverem pelo menos um composto químico em comum; ou (2) se as composições contiverem pelo menos um composto em comum, então há pelo menos uma diferença de 10 por cento em peso, com base no peso total da composição, entre a quantidade do composto na primeira composição e a quantidade do composto na segunda composição. Um aparelho analítico fluorescente de raios X (XRF) pode ser usado para determinar as quantidades dos compostos tal como Al_2O_3 e SiO_2 . Por exemplo, em uma primeira modalidade, se a população inteira de partículas na população de partículas de cerâmica for feita de bauxita que tem uma primeira composição química que inclui pelo menos 30 por cento em peso de Al_2O_3 , então as composições

químicas das regiões não quimicamente distintas. Em uma segunda modalidade, se as partículas na primeira região forem feitas de bauxita e as partículas na terceira região têm uma composição química que inclui menos que 1 por cento em peso de Al_2O_3 e pelo menos 50 por cento em peso de SiO_2 , então as composições das primeira e terceira regiões são quimicamente distintas. Na segunda modalidade, as partículas na terceira região podem incluir areia. Em uma modalidade, se as partículas na primeira região forem feitas de bauxita e através disso tiverem 60 por cento em peso ou mais de Al_2O_3 enquanto que as partículas na terceira região forem feitas de argila que inclui menos que 50 por cento em peso de Al_2O_3 então as composições das primeira e terceira regiões são quimicamente distintas.

Em relação ao empacotamento das partículas de propante quando as mesmas são inseridas em uma fissura em uma formação geológica, a distribuição dos diâmetros das partículas de propante pode impactar a disposição física das partículas empacotadas o que poderia impactar a condutividade e força de esmagamento do propante. Considere, por exemplo, um pacote de propante que inclui uma mistura de três partículas de propante de tamanhos diferentes que têm os diâmetros médios de D_1 , D_2 e D_3 , respectivamente, em que as partículas de diâmetro menor têm um diâmetro médio igual a D_1 , as partículas diâmetro médio tem um diâmetro médio igual a D_2 e as maiores partículas tem um diâmetro médio igual a D_3 . Dentro do pacote, as partículas de maior diâmetro podem estar em contiguidade uma com a outra através disso formando uma matriz essencialmente contínua que define inúmeras passagens entre

o mesmo. As partículas de tamanho médio e partículas de tamanho menor podem ser selecionadas para preencher prontamente as passagens entre as partículas maiores. Como as partículas de diâmetro maior formam uma matriz através do pacote, a resistência ao esmagamento das partículas maiores determina essencialmente a resistência ao esmagamento do pacote de propante. Dentro do mesmo pacote, as partículas de diâmetro menor e médio podem ter impacto pequeno na resistência ao esmagamento do pacote de propante porque as mesmas se encaixam dentro dos espaços vazios criados pela matriz, mas, ao mesmo tempo, as partículas de tamanho menor e médio podem reduzir a condutividade do pacote de propante preenchendo-se os espaços vazios entre as partículas grandes através disso bloqueando as passagem através da qual o fluxo poderia fluir. Em contraste, uma distribuição de partículas de propante pode ser selecionada de modo que as partículas de diâmetro menor e/ou médio sejam muito grandes para encaixar dentro dos espaços vazios criados pelas partículas grandes através disso forçando muitas as partículas maiores para longe uma da outra e reduzindo a quantidade de pontos de contato entre as partículas grandes. Essa interrupção ao padrão de empacotamento das partículas grandes pode ser facilitado selecionando-se uma população de partículas em que a razão dos $d_5:d_{95}$ das partícula excede 0,22. As populações de partículas que têm uma razão de $d_5:d_{95}$ maior que 0,30 ou mesmo 0,35 são viáveis. As populações de partículas que têm uma razão de $d_5:d_{95}$ maior que 0,22 podem ser vantajosas por duas razões. Primeiro, o padrão de empacotamento interrompido pode criar muitos mais pontos de contato entre

as partículas maiores e as partículas menores através disso interrompendo a força aplicada ao pacote sobre uma área mais ampla que resulta na resistência melhorada ao esmagamento. Segundo, as passagens definidas pelas

5 partículas maiores são forçadas a abrir pelas partículas de diâmetro menor e médio através disso facilitando o fluxo de um fluido através do pacote de propante. Em certas modalidades, um propante desta invenção pode conter uma distribuição única de tamanhos de partícula que fornece

10 coletivamente a resistência ao esmagamento, resistência ao assentamento durante o processo de fabricação e condutividade do fluido através do propante. Acredita-se que essas características desejáveis sejam devido pelo menos em parte à habilidade das partículas de se acumularem

15 em um padrão de empacotamento interrompido.

EXEMPLOS

Para ilustrar uma modalidade de uma população de partículas de cerâmica desta invenção, os inventores fabricaram uma população de propantes conforme segue. As matérias-primas

20 iniciais incluíram: 400 kg de bauxita de Arkansas, que foram previamente moídos a um tamanho de partícula médio de cerca de 10 microns; 7 kg de um aglutinante de amido de milho comercialmente disponível; e 113 kg (250 libras) de água adicionados a um misturador Eirich rotativo que é um

25 aglomerador bem conhecido. As matérias-primas preencheram a câmara do misturador aproximadamente dois terços. A rotação do tabuleiro e impulsor foi continuada por aproximadamente 1,5 minutos até que as partículas de um tamanho adequado foram formadas. Aproximadamente 100 kg de bauxita adicional

30 foram adicionados lentamente através disso revestido as

partículas formadas anteriormente com uma camada de material. A rotação do tabuleiro e impulsor foi continuada por aproximadamente 4 minutos através disso resultando na formação de partículas esférica que podem ser referidas na presente invenção como barro verde. As partículas foram então secas em um secador a 200°C até que o teor de umidade das partículas fosse menos que 10%. Para alcançar a densidade e a força desejadas, as partículas secas foram, então, aquecidas a 1.400°C por aproximadamente uma hora. As partículas resultantes tiveram uma esfericidade de cerca de 0,9, conforme determinado com o uso do gráfico Krumbein e Sloss.

A população inteira de partículas que existe no forno de secagem, mas antes de fluir através da fornalha é definida na presente invenção como a população progenitora de partículas. Após o tratamento de calor em uma fornalha a 1.400°C, a população progenitora de partículas foi triada direcionando-se as partículas para fluírem através de um primeiro dispositivo de triagem comercial que continha, em uma disposição linear, uma tela de 14 mesh e então uma tela de 50 mesh. O primeiro dispositivo de triagem removeu as partículas que ou (a) não fluíram através da tela de 14 mesh ou (b) fluíram através da tela de 50 mesh, através disso deixando a população de propantes que eram todos grandes o suficiente para fluírem através de uma tela de 14 mesh e muito grandes para fluírem através de uma tela de 50 mesh. Essa população de partículas é definida na presente invenção como a população inicial de partículas e é designado como Lote 1 na Tabela 1. O Lote 1 foi feito para fluir através de um segundo processo de triagem que incluiu

um dispositivo de triagem comercial que continha uma tela de 20 mesh e uma tela de 35 mesh. O segundo dispositivo de triagem desviou e capturou as partículas em três porções separadas. A porção A continha partículas que fluíram através da tela de 14 mesh no primeiro dispositivo de triagem, mas eram muito grandes para fluir através da tela de 20 mesh. As partículas na porção B eram pequenas o suficiente para fluírem através da tela de 20 mesh e muito grandes para fluírem através da tela de 35 mesh e são designadas como Lote 2 na Tabela 1. As partículas na porção C eram pequenas o suficiente para fluírem através da tela de 35 mesh, mas muito grandes para fluírem através da tela de 50 mesh no primeiro dispositivo de triagem. As partículas na porção A e na porção C foram recombina-
das através disso criando a população de propante final que é designada como Lote 3 na Tabela 1. As partículas na porção B foram permanentemente separadas da população de propante final.

São mostradas abaixo na Tabela 1 as características pertinentes de cada propante. Todos os valores numéricos, exceto as porcentagens, estão em microns.

Tabela 1

Lotes	d_5	d_{min}	d_{max}	d_{95}	Largura eficaz ¹	Tamanho de Vão ²	Vão % ³	Quantidade ⁴ (por cento em peso)		
								Região		
								I	II	III
1	440	--	--	1150	710	--	--	--	--	--
2	513	--	--	923	410	--	--	--	--	--
3	398	570	810	1267	869	240	27,6	17,2	3,8	69,0

¹ Largura eficaz é a diferença entre os d_{95} e d_5 da distribuição.

² Tamanho de vão é uma largura da segunda região que é a

diferença entre os $d_{\max}$ e $d_{\min}$ da distribuição.

³ % em vão é o Tamanho de vão dividido pela Largura eficaz.

⁴ Quantidade é o peso das partículas em cada região dividida pelo peso das partículas na população final.

- 5 Os dados demonstram claramente que a população de partículas desta invenção, conforme representada pelo Lote 3, cumprem com os seguintes critérios. Primeiro, a largura eficaz da população excedeu 100 microns. Segundo, a largura da segunda região (isto é o % em vão) foi pelo menos 25% da
- 10 Largura eficaz. Terceiro, a porcentagem em peso da partículas na segunda região foi menos que 15% do peso da população final. Terceiro, cada um dentre o peso das partículas na primeira região e na terceira região excedeu a porcentagem em peso das partículas na segunda região.
- 15 Para ilustrar a vantagem obtida por uma modalidade de um propante desta invenção, a resistência ao esmagamento da população inicial, população final e propante na região II foram medidos a pressões de 68,9 MPa (10.000 psi), 103,4 MPa (15.000 psi) e 137,9 MPa (20.000 psi) com o uso do
- 20 procedimento descrito em ISO 13503-2. Cada um dos valores de resistência ao esmagamento na Tabela 2 representa uma média das três amostras. Os valores de resistência ao esmagamento são expressos como uma porcentagem em peso do peso inicial da amostra. Quanto menor o número, melhor a
- 25 resistência ao esmagamento.

Tabela 2

Lotes	Resistência ao esmagamento (por cento em peso)		
	68,9 MPa	103,4 MPa	137,9 MPa
1 (inicial)	5,3	12,5	15,6
2 (região II)	9,9	20,8	28,7

3 (final)	6,0	12,0	16,6
-----------	-----	------	------

Os dados na Tabela 2 demonstram que para uma modalidade de um propante desta invenção a população de propante final (isto é, Lote 3) tinha uma resistência ao esmagamento que é tanto (a) aproximadamente equivalente à resistência ao esmagamento da população de propante inicial (isto é, Lote 1) quanto (b) menor e, portanto, melhor que a resistência ao esmagamento do propante na região II (isto é, Lote 2) que foi removido e disponível como um produto separado. Em nítido contraste aos processos de fabricação de propante convencionais em que somente os propantes na região II eram comercialmente disponíveis e os propantes nas regiões I e III foram reciclados, os propantes nas regiões I e III desta invenção foram combinados para criar um propante final com uma resistência ao esmagamento melhor que os propantes na região II. A habilidade de evitar os custos inerentes na reciclagem de grandes porcentagens da população de propante inicial pode fornecer uma vantagem econômica distinta ao fabricante de propante.

A descrição acima é considerada como a de modalidades particulares somente. Modificações da invenção irão ocorrer àqueles versados na técnica e àqueles que fazem ou usam a invenção. Portanto, é entendido que as modalidades mostradas nos desenhos e descritas acima são meramente para propósitos ilustrativos e não devem limitar o escopo da invenção, que é definido pelas seguintes reivindicações conforme interpretadas de acordo com os princípios da lei de patente, incluindo a Doutrina de Equivalentes.

REIVINDICAÇÕES

1. População de partículas de cerâmica, caracterizada por compreender:

a. uma pluralidade de partículas de cerâmica individuais
5 de fluxo livre, sendo que a dita pluralidade de partículas tem um peso total e distribuição de tamanho de partícula que inclui os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 ;

b. a dita distribuição tem uma largura eficaz que é a diferença entre os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 da
10 distribuição, sendo que a dita largura eficaz da distribuição excede 100 microns e compreende três regiões de não sobreposição e em contiguidade que incluem uma primeira região, uma segunda região e uma terceira região em que a primeira região está em contiguidade com a segunda
15 região e a segunda região está em contiguidade com a terceira região; e em que a largura da dita segunda região é pelo menos 25% da largura eficaz; e

c. em que o peso das partículas na dita segunda região não excede 15% do peso total da pluralidade de partículas e
20 cada peso das partículas na dita primeira região e na dita terceira região excede o peso das partículas na dita segunda região.

2. População, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a razão de $d_5:d_{95}$ excede
25 0,22.

3. População, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a razão de $d_5:d_{95}$ excede
0,30.

4. População, de acordo com a reivindicação 1,
30 caracterizada pelo fato de que a dita população de

partículas tem um diâmetro médio entre 200 microns e 2,4 mm.

5. População, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a largura da dita segunda
5 região é pelo menos 30% da largura eficaz.

6. População, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o peso das partículas na dita primeira região excede pelo menos 5 por cento do peso total da pluralidade de partículas.

10 7. População, de acordo com a reivindicação 6, caracterizada pelo fato de que o peso das partículas na dita primeira região excede pelo menos 15 por cento do peso total da pluralidade de partículas.

15 8. População, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o peso das partículas na dita terceira região excede pelo menos 5 por cento do peso total da pluralidade de partículas.

20 9. População, de acordo com a reivindicação 8, caracterizada pelo fato de que o peso das partículas na dita terceira região excede pelo menos 15 por cento do peso total da pluralidade de partículas.

25 10. População, de acordo com a reivindicação 9, caracterizada pelo fato de que o peso das partículas na dita terceira região excede pelo menos 40 por cento do peso total da pluralidade de partículas.

11. População, de acordo com a reivindicação 10, caracterizada pelo fato de que o peso das partículas na dita segunda região não excede 10 por cento do peso total da pluralidade de partículas.

30 12. População, de acordo com a reivindicação 1,

caracterizada pelo fato de que o peso das partículas na dita segunda região não excede 10 por cento do peso total da pluralidade de partículas.

13. População, de acordo com a reivindicação 1,
5 caracterizada pelo fato de que o peso das partículas na dita segunda região não excede 5 por cento do peso total da pluralidade de partículas.

14. Processo, para fabricar uma pluralidade de partículas, caracterizado por compreender as etapas de:

- 10 a. fornecer uma quantidade inicial de partículas que têm um peso total e distribuição de tamanho de partícula;
- b. separar a dita quantidade de partículas na porção A, porção B e porção C em que o d_{50} da porção A é menos que o d_{50} da porção B que é menos que o d_{50} da porção C; e
- 15 c. combinar a primeira porção e a terceira porção através disso criando uma população final das partículas que tem um peso total e uma distribuição de tamanho de partícula que incluem os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 , sendo que a dita largura eficaz da distribuição é a diferença entre os
- 20 tamanhos de partícula d_{95} e d_5 da distribuição, a dita largura eficaz da distribuição excede 100 microns e compreende três regiões de não sobreposição e em contiguidade que incluem uma primeira região, uma segunda região e uma terceira região, em que a primeira região está
- 25 em contiguidade com a segunda região e a segunda região está em contiguidade com a terceira região; em que a largura da dita segunda região é pelo menos 25% da largura eficaz; em que o peso das partículas na dita segunda região não excede 15% do peso total da população final e em que
- 30 cada peso das partículas na dita primeira região e na dita

terceira região excede o peso das partículas na dita segunda região.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que a largura da segunda região
5 é pelo menos 30% da largura eficaz.

16. Processo, de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que o peso das partículas na dita segunda região não excede 10% do peso total da população final.

10 17. Processo, para fabricar uma população de partículas de cerâmica, caracterizado por compreender as etapas de:

a. fornecer uma primeira quantidade de partículas e uma segunda quantidade de partículas, em que o d_{90} da primeira quantidade é menos que o d_{10} da segunda quantidade, e

15 b. combinar a primeira quantidade e a segunda quantidade através disso criando uma final população de partículas de cerâmica que tem um peso total e distribuição de tamanho de partícula que inclui os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 , sendo que a dita distribuição tem uma largura eficaz que é
20 a diferença entre os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 da distribuição, a dita largura eficaz da distribuição excede 100 microns e compreende três regiões de não sobreposição e em contiguidade que incluem uma primeira região, uma segunda região e uma terceira região em que a primeira
25 região está em contiguidade com a segunda região e a segunda região está em contiguidade com a terceira região; em que a largura da dita segunda região é pelo menos 25% da largura eficaz; e em que o peso das partículas na dita segunda região não excede 15% do dito peso total da
30 população final de partículas de cerâmica e cada peso das

partículas na dita primeira região e na dita terceira região excede o peso das partículas na dita segunda região.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que as partículas na primeira
5 quantidade têm uma gravidade específica média, as partículas na segunda quantidade têm uma gravidade específica média e a diferença entre a gravidade específica média da primeira quantidade e a gravidade específica média da segunda quantidade é pelo menos 10% da gravidade
10 específica média da primeira quantidade.

19. Processo, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que a diferença entre a gravidade específica média das partículas na primeira quantidade e a gravidade específica média das partículas na
15 segunda quantidade é pelo menos 15% da gravidade específica média da primeira quantidade.

20. Processo, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que as ditas partículas na dita primeira quantidade têm uma primeira composição química, as
20 ditas partículas na dita segunda quantidade têm uma segunda composição química e as composições químicas são quimicamente distintas uma da outra.

21. Processo, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de que pelo menos uma das ditas
25 composições químicas compreende pelo menos 50 por cento em peso de SiO_2 .

22. Processo, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de que somente uma das ditas composições químicas compreende pelo menos 50 por cento em
30 peso de SiO_2 .

23. Processo, de acordo com a reivindicação 22, caracterizado pelo fato de que a dita pelo menos uma dentre as ditas composições químicas que compreende pelo menos 50 por cento em peso de SiO_2 compreende areia.

5 24. Processo, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de que somente uma das ditas composições químicas compreende pelo menos 30 por cento em peso de Al_2O_3 .

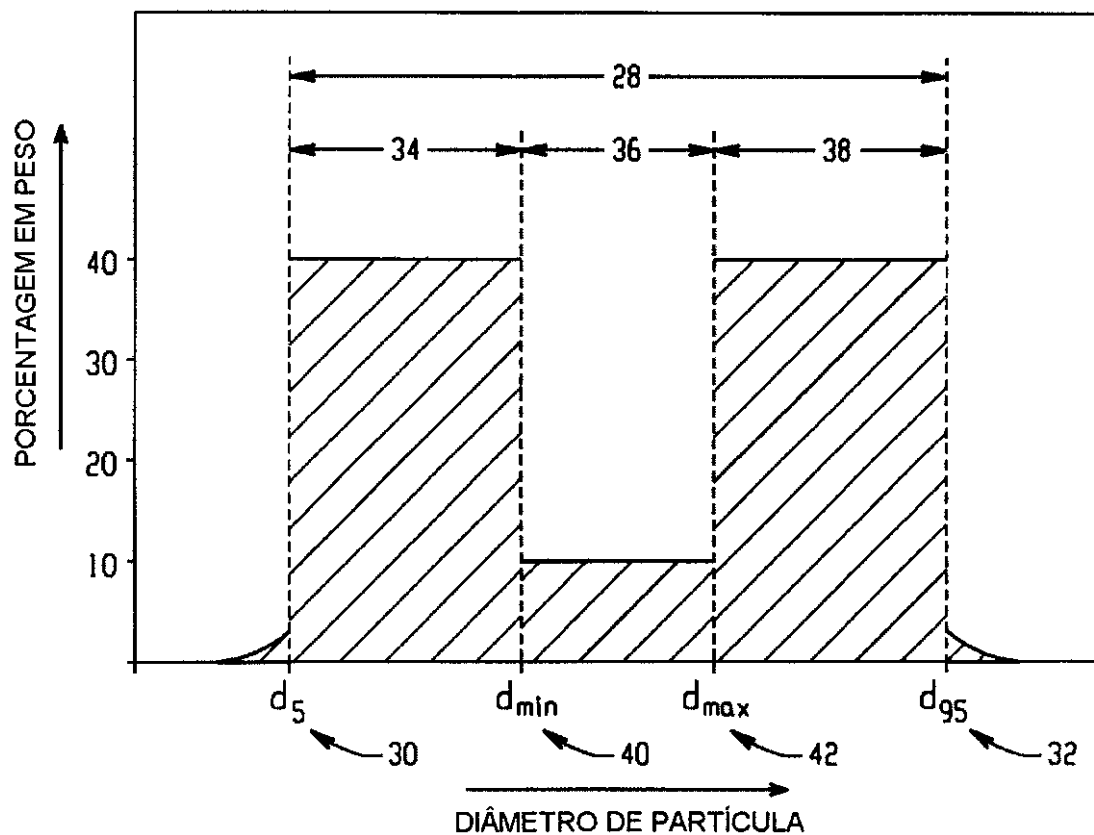


Figura 1

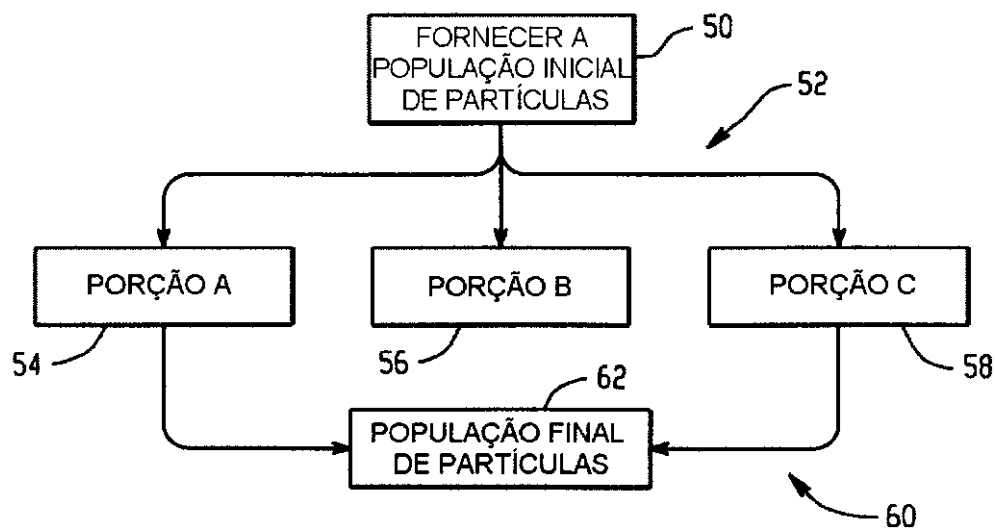
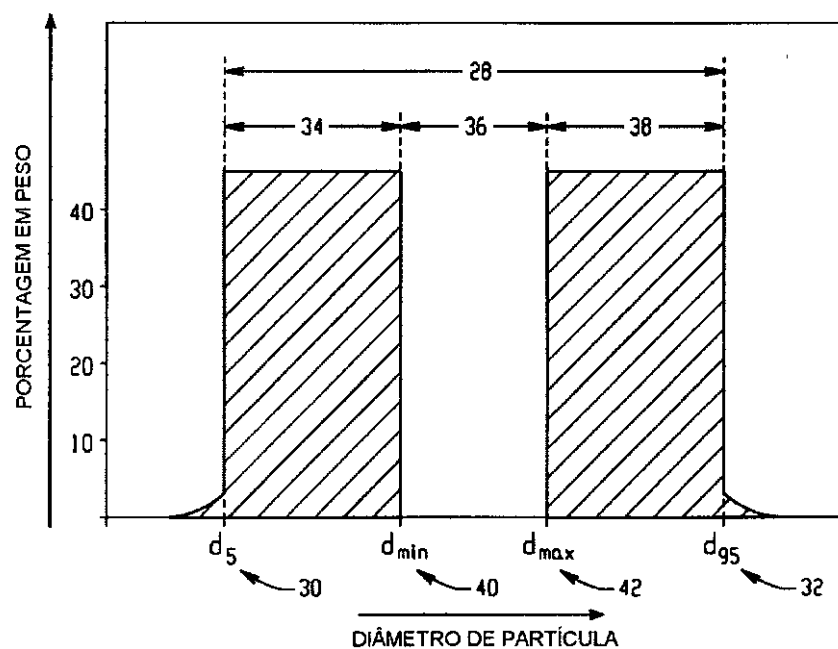
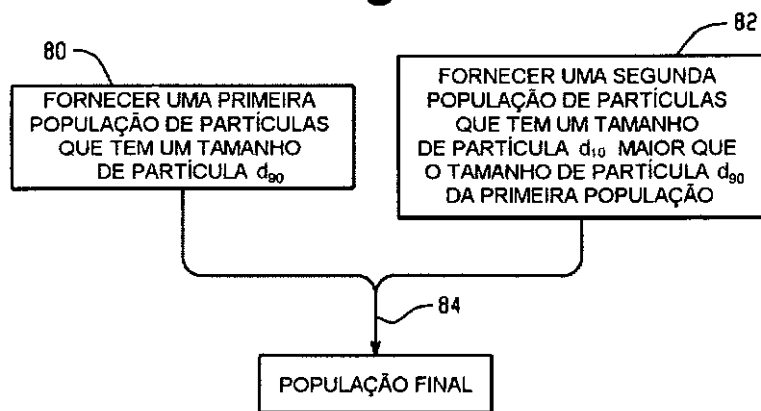


Figura 2

*Figura 3**Figura 4*

RESUMO**RESUMO DO PEDIDO DE PATENTE DE INVENÇÃO PARA "POPULAÇÃO DE
PARTÍCULAS DE CERÂMICA E PROCESSO PARA FABRICAR A MESMA"**

É revelada uma população de partículas de cerâmica que
5 inclui uma pluralidade de partículas individuais de fluxo
livre. A pluralidade tem uma distribuição de tamanho de
partícula e peso total. A largura eficaz da distribuição é
a diferença entre os tamanhos de partícula d_{95} e d_5 da
distribuição. A largura eficaz da distribuição excede 100
10 microns e inclui três regiões de não sobreposição e em
contiguidade que incluem uma primeira região, uma segunda
região e uma terceira região. A primeira região está em
contiguidade com a segunda região e a segunda região está
em contiguidade com a terceira região. A largura da segunda
15 região é pelo menos 25% da largura eficaz. O peso das
partículas na segunda região não excede 15% do peso total
da pluralidade de partículas. Cada peso das partículas na
primeira região e na terceira região excede o peso das
partículas na segunda região. Métodos para fazer as
20 populações de partículas de cerâmica também são revelados.