

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**Escola de Engenharia**  
**Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas**

Thaís de Oliveira Soares

**CARACTERIZAÇÃO DE REJEITOS DE MINERAÇÃO PARA USO COMO  
PROPANTE EM POÇOS DE PETRÓLEO E GÁS**

Belo Horizonte

2024

Thaís de Oliveira Soares

**CARACTERIZAÇÃO DE REJEITOS DE MINERAÇÃO PARA USO COMO  
PROPANTE EM POÇOS DE PETRÓLEO E GÁS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas – Mestrado Profissional, da Universidade Federal de Minas Gerais como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de concentração: Tecnologia Mineral

Orientadora: Dra. Rísia Magriotis Papini

Coorientador: Dr. Roberto Galéry

Belo Horizonte

2024

S676c

Soares, Thais de Oliveira.

Caracterização de rejeitos de mineração para uso como propante em poços de petróleo e gás [recurso eletrônico] / Thais de Oliveira Soares. – 2024.

1 recurso online (97 f. : il., color.) : pdf.

Orientadora: Rísia Magriotis Papini.

Coorientador: Roberto Galéry.

Dissertação (mestrado profissional) – Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Apêndices: f. 97.

Bibliografia: f. 92-96.

1. Engenharia de minas – Teses. 2. Barragens de rejeitos – Teses. 3. Minérios de ferro – Reaproveitamento – Teses. 4. Poços de petróleo – Perfuração – Teses. I. Papini, Rísia Magriotis. II. Galéry, Roberto. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. IV. Título.

CDU: 622(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA,  
MATERIAIS E DE MINAS/MP



## ATA DA DEFESA DA DISSERTAÇÃO DA ALUNA THAIS DE OLIVEIRA SOARES

Realizou-se, no dia 05 de janeiro de 2024, às 10:30 horas, 4240, da Universidade Federal de Minas Gerais, a defesa de dissertação, intitulada *CARACTERIZAÇÃO DE REJEITOS DE MINERAÇÃO PARA USO COMO PROPANTE EM POÇOS DE PETRÓLEO E GÁS*, apresentada por THAIS DE OLIVEIRA SOARES, número de registro 2022669473, graduada no curso de ENGENHARIA DE MINAS, como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em ENGENHARIA METALÚRGICA, MATERIAIS E DE MINAS, à seguinte Comissão Examinadora: Prof(a). Roberto Galery - Orientador (Universidade Federal de Minas Gerais), Prof(a). Luiz Claudio Monteiro Montenegro (Departamento de Engenharia de Minas - UFMG), Prof(a). Michel Melo Oliveira (Departamento de Engenharia de Minas - UFMG).

A Comissão considerou a dissertação:

Aprovada

Reprovada

Finalizados os trabalhos, lavrei a presente ata que, lida e aprovada, vai assinada por mim e pelos membros da Comissão.

Belo Horizonte, 05 de janeiro de 2024.

Documento assinado digitalmente  
**gov.br** ROBERTO GALERY  
Data: 08/01/2024 13:22:42-0300  
Verifique em <https://validar.it.gov.br>

Prof(a). Roberto Galery (Doutor)

Documento assinado digitalmente  
**gov.br** LUIZ CLAUDIO MONTEIRO MONTENEGRO  
Data: 05/01/2024 13:52:39-0300  
Verifique em <https://validar.it.gov.br>

Prof(a). Luiz Claudio Monteiro Montenegro (Doutor)

Documento assinado digitalmente  
**gov.br** MICHEL MELO OLIVEIRA  
Data: 05/01/2024 13:39:01-0300  
Verifique em <https://validar.it.gov.br>

Prof(a). Michel Melo Oliveira (Doutor)

## RESUMO

O presente trabalho buscou realizar a caracterização tecnológica de materiais provenientes de barragens de rejeito de minério de ferro e realizar testes padronizados da Norma API 19C, que visa definir se materiais podem ser utilizados como propantes em processos de fraturamento hidráulico. A caracterização tecnológica dos materiais foi realizada em termos de análise granulométrica e análise química via FRX. O trabalho foi dividido em duas etapas. Etapa 1, que se refere aos materiais denominados Areia A1, A1 Não Magnética Rougher e V1 na granulometria bitolada entre  $-180 + 150 \mu\text{m}$ ; e Etapa 2, referente aos materiais denominados de Areia A1 e V1, na granulometria bitolada entre  $-212 + 106 \mu\text{m}$ . Os procedimentos se diferenciam em cada uma das etapas devido à ausência de parte dos equipamentos em cada uma das fases. Devido ao fato de a Norma API 19C não definir procedimentos específicos de testes para os materiais de granulometria bitolada entre  $-180 + 150 \mu\text{m}$  (Etapa 1), existe certa dificuldade de avaliar o desempenho do material. No caso dos materiais testados na granulometria bitolada entre  $-212 + 106 \mu\text{m}$  (Etapa 2), os materiais atingiram parcialmente as especificações esperadas para propantes de areia natural, com análise granulométrica, solubilidade em ácido e resistência ao esmagamento, apresentando valores aceitáveis para propantes de areia natural comercializáveis, embora os resultados tenham que ser considerados com cautela devido à alterações realizadas nos procedimentos. Testes requeridos pela Norma, como: densidade absoluta, densidade aparente e turbidez devem ser realizados para resultados mais conclusivos. Embora haja ressalvas técnicas, os resultados apresentam valores aceitáveis para propantes naturais de areia e apresentam relevância na utilização de rejeito de minério de ferro como coprodutos.

Palavras-chave: caracterização; rejeitos de mineração; fraturamento hidráulico; propante.

## **ABSTRACT**

This study intended to do the technological characterization of materials from iron ore tailings dams and carry out tests based on the API 19C Standard, which aims to define whether the materials can be used as proppants in hydraulic fracturing processes. The technological characterization was done in terms of size-by-size analysis and chemical analysis via XRF. The study was divided in two stages. Stage 1, which refers to the materials named Sand A1, A1 Non-Magnetic Rougher and V1 in size between  $-180 + 150 \mu\text{m}$ ; and Stage 2, referring to materials called Sand A1 and V1, in size between  $-212 + 106 \mu\text{m}$ . The procedures differ in each of the stages due to the absence of part of the equipment required by API 19 C. Due to the fact that the API 19C Standard does not define specific testing procedures for materials of particle in sizes between  $-180 + 150 \mu\text{m}$  (Stage 1), there is some difficulty in evaluating the performance of the material. In the case of the materials tested in the particle size range between  $-212 + 106 \mu\text{m}$  (Step 2), they partially reached the expected specifications for natural sand proppants, where particle size analysis, acid solubility and crushing resistance tests presenting acceptable values for proppants of natural sand, although the results have to be considered with caution due to changes made to the procedures due to the partial absence of equipment. Tests required by the API such as: absolute density, apparent density and turbidity must be carried out for more conclusive results. Although there are technical issues, the results present acceptable values for natural sand proppants and are relevant in the use of iron ore waste as co-products.

**Key-words:** characterization; mining taillings; hydraulic fracturing; proppant.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Ilustração básica – Fraturas geradas por processo de fraturamento hidráulico. Fonte: Huang L, et al, 2011. ....	22
Figura 3.2 - <i>Curable Resin-Coated Sand</i> antes do bombeamento para o poço. Fonte: Belyadi (2017) .....	27
Figura 3.3 - <i>Curable Resin-Coated Sand</i> sob condições de reservatório. ....	27
Figura 3.4 - Estimativa visual de esfericidade (eixo y) e arredondamento (eixo x) (Fonte: Krumbein e Schloss, 1963).....	33
Figura 4.1 – Da esquerda para a direita da imagem: Areia B1, Areia B1 Não Magnética e Areia V1. Aspecto geral conforme recebimento. ....	42
Figura 4.2 - Homogeneização por pilha cônica e amostragem em divisor de rifles.....	43
Figura 4.3 - Adequação e caracterização global de amostras. Embora a areia B2 seja citada nesse fluxograma, ela não passou pelos processos de caracterização global e testes requeridos pela Norma no presente trabalho. ....	46
Figura 4.4 - Peneirador suspenso. Laboratório de processamento mineral – UFMG e Ro-Tap RX-29. Medicaexpo, 2022. ....	49
Figura 4.5 - Fluxograma resumido de testes requeridos pela Norma de propantes API 19C ..	51
Figura 4.6 - Granulômetro a laser CILAS 1190. Acilweber, 2022: <a href="https://www.acilweber.com.br/">https://www.acilweber.com.br/</a> .....	62
Figura 5.1 - Alíquotas das amostras após processo de secagem. Da esquerda para direita da imagem: Areia B, Areia B1 Não Magnética Rougher e Areia V1. ....	63
Figura 5.2 - Comparativo – Passante acumulada vs tamanho – Areia B1.....	65
Figura 5.3 - Comparativo – Passante acumulada vs tamanho – Areia B1 Não Magnética Rougher .....	66
Figura 5.4 - Comparativo – Passante acumulada vs tamanho – Areia V1 .....	67
Figura 5.5 - Imagem com partículas analisadas. Areia B1 .....	69
Figura 5.6 - Distribuição acumulada gerada pelo granulômetro a laser. Imagem à esquerda: Areia B1 pré esmagamento. Imagem à direita: Areia B1 pós esmagamento em tensões diversas. ....	71
Figura 5.7 - Passante acumulada em 150 µm em função da tensão aplicada. Areia B1 .....	72
Figura 5.8 - Imagem com partículas analisadas. Areia B1 Não Magnética Rougher.....	74

Figura 5.9 - Distribuição acumulada gerada pelo granulômetro a laser. Imagem à esquerda: Areia B1 Não Magnética Rougher pré esmagamento. Imagem à direita: material Areia B1 Não Magnética pós esmagamento em tensões diversas. ....	76
Figura 5.10 - - Passante acumulada em 150 µm em função da tensão aplicada. Areia B1 Não magnética rougher .....	77
Figura 5.11 - Imagem com partículas analisadas. Areia V1 .....	79
Figura 5.12 - Distribuição acumulada gerada pelo granulômetro a laser. Imagem à esquerda: Areia V1 pré esmagamento. Imagem à direita: material da Areia V1 pós esmagamento em tensões diversas. ....	81
Figura 5.13 - Passante acumulada em 150 µm em função da tensão aplicada. Areia V1 .....	82
Figura 7.1 – Imagem com partículas analisadas .....	85
Figura 7.2 – Passante acumulada em função da tensão aplicada. Areia B1 .....	86
Figura 7.3 - Imagem com partículas analisadas .....	87
Figura 7.4 – Passante acumulada em função da tensão aplicada. Areia V1. ....	89

## LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Peneiras utilizadas para análise granulométrica dos materiais recebidos – Designações de intervalos de possíveis propantes. Fonte: API 19C .....	49
Tabela 5.1 - Estimativa de massas .....	63
Tabela 5.2 - Estimativa de umidade .....	64
Tabela 5.3 - Comparativo - Distribuição granulométrica - Areia B1 .....	65
Tabela 5.4 - Comparativo - Distribuição granulométrica - Areia B1 Não Magnética Rougher .....	66
Tabela 5.5 - Comparativo - Distribuição granulométrica - Areia V1 .....	67
Tabela 5.6 - Análise granuloquímica parcial. Areia B1 .....	68
Tabela 5.7 - Estimativa de retida contida e teores por intervalo. Areia B1 .....	69
Tabela 5.8 - Resultados médios de esfericidade/circularidade. Areia B1 .....	70
Tabela 5.9 - Valores mínimos e máximos de densidade bulk. Areia B1 .....	70
Tabela 5.10 - Passante acumulada (%) em 150 µm em função da tensão aplicada (Psi). Areia B1 .....	73
Tabela 5.11 - Análise granuloquímica parcial. Areia B1 Não Magnética Rougher .....	73

Tabela 5.12 - Estimativa de retida contida e teores por intervalo. Usina Brucutu – Areia 1 Não Magnética Rougher.....	74
Tabela 5.13 - Resultados médios de esfericidade/circularidade. Areia B1 Não Magnética Rougher .....	75
Tabela 5.14 - Valores mínimos e máximos de densidade bulk. Areia B1 Não Magnética Rougher. ....	75
Tabela 5.15 - Passante acumulada (%) em 150 µm em função da tensão aplicada (Psi). Areia B1 Não Magnética Rougher .....	77
Tabela 5.16 - Análise granulométrica parcial. Areia V1.....	78
Tabela 5.17 - Estimativa de retida contida e teores por intervalo. Areia V1.....	78
Tabela 5.18 - Resultados médios de esfericidade/circularidade. Areia V1 .....	79
Tabela 5.19 - Valores mínimos e máximos de densidade bulk. Areia V1. ....	80
Tabela 5.20 - Passante acumulada (%) em 150 µm em função da tensão aplicada (Psi). Areia V1 .....	82
Tabela 7.1 – Análise química – Material bitolado B1 .....	84
Tabela 7.2 – Análise granulométrica por Rotap .....	84
Tabela 7.3 – Valores médios de esfericidade e arredondamento, respectivamente. ....	85
Tabela 7.4 – Valores mínimos e máximos de densidade bulk .....	85
Tabela 7.5 – Passante acumulada em função da tensão aplicada. Areia B1.....	86
Tabela 7.6 – Análise química do material bitolado V1. ....	87
Tabela 7.7 – Análise granulométrica por Rotap .....	87
Tabela 7.8 – Valores médios de esfericidade e arredondamento, respectivamente .....	88
Tabela 7.9 – Valores mínimos e máximos de densidade bulk .....	88
Tabela 7.10 - Passante acumulada em função da tensão aplicada. Areia V1.....	89
Tabela 10.1 - Análise química completa – Areia B1.....	97
Tabela 10.2 – Análise química completa – Areia B1 Não Magnética Rougher.....	97
Tabela 10.3 - Análise química completa – Areia V1 .....	97

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 3.1 - Condutividade da fratura .....	28
Equação 3.2 - Índice adimensional.....	28
Equação 3.3 - Lei de Stokes para $Re \leq 2.0$ .....	29
Equação 3.4 - Velocidade de sedimentação para $2 < Re < 500$ . ....	30
Equação 3.5 - Velocidade de sedimentação para $Re \geq 500$ .....	30
Equação 4.1 - Quantidade de água presente. Fonte: Norma ASTM D2216-19 .....	44
Equação 4.2 – Cálculo da densidade relativa (Sampaio, 2007): .....	45
Equação 4.3 - Equação de Gaudin. Adaptado (Gaudin, 1939).....	48
Equação 4.4 - Solubilidade em ácido. Fonte: Norma API 19C .....	56
Equação 4.5 - Densidade Bulk. Fonte: Norma API 19C .....	57
Equação 4.6 - Densidade absoluta. Fonte: Norma API 19C .....	58
Equação 4.7 - Densidade aparente. Fonte: Norma API 19C .....	59
Equação 4.8 - Massa de material de propante (mp) a ser utilizada. Norma API 19C .....	60
Equação 4.9 - Força máxima ( $F_{tc}$ ) a ser aplicada. Fonte: Norma API 19C .....	60

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	16
2.	OBJETIVO GERAL.....	17
2.1	Objetivos específicos.....	17
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	18
3.1	Reservatórios de hidrocarbonetos.....	18
3.2	Processos de estimulação de poços de petróleo e gás.....	19
3.2.1	<b>Acidificação</b> .....	19
3.2.2	<b>Faturamento ácido</b> .....	20
3.2.3	<b>Faturamento pneumático</b> .....	20
3.2.4	<b>Faturamento com carregamento dinâmico</b> .....	20
3.2.4.1	<b>Faturamento por explosivo</b> .....	21
3.2.4.2	<b>Faturamento elétrico</b> .....	21
3.2.5	<b>Faturamento hidráulico</b> .....	21
3.2.5.1	<b>Faturas geradas</b> .....	23
3.2.5.2	<b>Fluidos de fraturamento</b> .....	23
3.3	Propantes.....	24
3.3.1	<b>Tipos de propantes</b> .....	24
3.3.1.1	<b>Areia</b> .....	24
3.3.1.2	<b>Cerâmica</b> .....	25
3.3.1.3	<b>Areias revestidas por resinas</b> .....	25
3.3.2	<b>Fatores relevantes</b> .....	27
3.3.2.1	<b>Condutividade da fratura</b> .....	27
3.3.2.2	<b>Índice adimensional de condutividade da fratura</b> .....	28
3.3.2.3	<b>Transporte de propante</b> .....	28
3.3.3	<b>Propriedades dos propantes</b> .....	31

<b>3.3.3.1</b>	<b>Tamanho de partículas</b> .....	31
<b>3.3.3.2</b>	<b>Resistência ao esmagamento</b> .....	32
<b>3.3.3.3</b>	<b>Grau de arredondamento e esfericidade</b> .....	33
<b>3.3.3.4</b>	<b>Gravidade específica</b> .....	34
3.4	Determinação de tamanho de partículas em laboratório .....	34
3.5	Peneiramento Industrial .....	36
<b>3.5.1</b>	<b>Fatores que afetam a performance de peneiramento</b> .....	37
<b>3.5.1.1</b>	<b>Taxa de alimentação</b> .....	37
<b>3.5.1.2</b>	<b>Porcentagem de sólidos na alimentação</b> .....	37
<b>3.5.1.3</b>	<b>Forma e distribuição de tamanho de partículas na alimentação</b> .....	38
<b>3.5.1.4</b>	<b>Capacidade da peneira</b> .....	38
<b>3.5.1.5</b>	<b>Probabilidade de passagem de partículas</b> .....	38
<b>3.5.1.6</b>	<b>Porcentagem de área aberta</b> .....	39
4.	<b>METODOLOGIA: ETAPA 1</b> .....	40
4.1	Descrição das amostras recebidas.....	41
4.2	Secagem, desagregação, homogeneização e amostragem .....	42
4.3	Determinação de umidade pré e pós secagem .....	43
4.4	Densidade real ou relativa de amostras globalmente: picnometria à água .....	45
4.5	Fluxograma: adequação de tamanho das amostras.....	46
4.6	Comparativo: Ro-Tap e peneirador suspenso.....	47
4.7	Caracterização tecnológica global .....	49
<b>4.7.1</b>	<b>Análise granulométrica</b> .....	49
<b>4.7.2</b>	<b>Análise química: fluorescência por raios-x</b> .....	50
<b>4.7.3</b>	<b>Testes requeridos pela Norma de propantes API 19C</b> .....	51
<b>4.7.3.1</b>	<b>Fluxograma resumido: testes</b> .....	51
<b>4.7.3.2</b>	<b>Análise granulométrica</b> .....	52
<b>4.7.3.3</b>	<b>Esfericidade e arredondamento</b> .....	53

4.7.3.4	Turbidez .....	54
4.7.3.5	Solubilidade em ácido .....	55
4.7.3.6	Densidade: bulk, absoluta, aparente .....	56
4.7.3.6.1	Densidade bulk .....	56
4.7.3.6.2	Densidade absoluta .....	57
4.7.3.6.3	Densidade aparente.....	58
4.7.3.7	Resistência ao esmagamento .....	59
4.7.3.8	Perda por ignição (PMI).....	61
4.7.4	Granulômetro a laser .....	61
5.	RESULTADOS: ETAPA 1 .....	62
5.1	Amostras após secagem.....	63
5.2	Estimativas de massas recebidas .....	63
5.3	Determinação de umidade pré e pós secagem .....	63
5.4	Comparativo: Ro-tap e peneirador suspenso .....	64
5.4.1	Areia B1.....	64
5.4.2	Areia B1 Não Magnética Rougher .....	65
5.4.3	Areia V1.....	66
5.5	Caracterização Tecnológica Global.....	68
5.5.1	Areia B1: -180 µm + 150 µm.....	68
5.5.1.1	Análise granuloquímica .....	68
5.5.1.2	Esfericidade e arredondamento .....	69
5.5.1.3	Solubilidade em ácido .....	70
5.5.1.4	Densidades.....	70
5.5.1.4.1	Densidade bulk .....	70
5.5.1.5	Resistência ao esmagamento .....	71
5.5.2	Areia B1 Não Magnética Rougher: -180 µm + 150 µm.....	73
5.5.2.1	Análise granuloquímica .....	73

5.5.2.2	Esfericidade e arredondamento .....	74
5.5.2.3	Solubilidade em ácido .....	75
5.5.2.4	Densidades.....	75
5.5.2.4.1	Densidade bulk.....	75
5.5.2.5	Resistência ao esmagamento .....	76
5.5.3	Areia V1: -180 µm + 150 µm .....	77
5.5.3.1	Análise granuloquímica.....	77
5.5.3.2	Esfericidade e arredondamento .....	79
5.5.3.3	Solubilidade em ácido .....	79
5.5.3.4	Densidades.....	80
5.5.3.4.1	Densidade bulk.....	80
4.5.3.5	Resistência ao esmagamento.....	80
6.	METODOLOGIA: ETAPA 2.....	82
7.	RESULTADOS: ETAPA 2 .....	83
7.1	Areia B1: - 212 + 106 µm .....	84
7.1.1	Análise química.....	84
7.1.2	Análise granulométrica da bitolada .....	84
7.1.3	Esfericidade e arredondamento.....	84
7.1.4	Solubilidade em ácido.....	85
7.1.5	Densidade bulk.....	85
7.1.6	Resistência ao esmagamento .....	86
7.2	Areia V1: - 212 + 106 µm .....	86
7.2.1	Análise química.....	86
7.2.2	Análise granulométrica da bitolada .....	87
7.2.3	Esfericidade e arredondamento.....	87
7.2.4	Solubilidade em ácido.....	88
7.2.5	Densidade bulk.....	88

<b>7.2.6 Resistência ao esmagamento</b> .....	89
8. CONCLUSÕES .....	89
9. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	91
10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	92
11. APÊNDICES .....	97
Apêndice 1: Areia B1 - Tabela completa de distribuição granuloquímica.....	97
Apêndice 2: Areia B1 Não Magnética Rougher - Tabela completa de distribuição granuloquímica .....	97
Apêndice 3: Areia V1 - Tabela completa de distribuição granuloquímica .....	97
.....	97

## 1. INTRODUÇÃO

Propantes na indústria petrolífera são minerais industriais beneficiados, utilizados na estimulação de poços de petróleo ou gás com objetivo de aumentar a sua produtividade. O fraturamento hidráulico é uma das técnicas mais difundidas na estimulação de poços de gás de xisto e consiste na injeção de uma polpa mineral e aditivos sob alta pressão, superior à resistência à tração da rocha, causando assim fraturas que se propagam durante o bombeamento. A alta permeabilidade do maciço rochoso é garantida pelas partículas minerais que foram injetadas nas fraturas mantidas, assim, abertas (Barati, 2014). Os principais materiais utilizados como propantes na indústria petrolífera são as areias silicosas naturais ou resinadas e produtos cerâmicos com alto teor de alumínio, como as bauxitas sinterizadas. Esses produtos são caracterizados em função de suas propriedades físicas, como por exemplo, resistência ao esmagamento, tamanho de partículas, arredondamento e esfericidade e densidade (Cachay, 2004).

Levantamentos da Petrobras indicaram um total de 12.048 operações de fraturamento hidráulico, em 5.110 poços, nas diversas bacias sedimentares brasileiras, desde a década de 1950 até fevereiro de 2016. Junto a esta informação teve-se a abertura do mercado de petróleo e gás, realizado pela ANP com arremate de 72 blocos em cinco bacias sedimentares (Paranaíba, Reconcavo, Paraná, Acre e Sergipe-Alagoas) que aumentou significativamente a utilização do propante (Braga et al., 2015).

A concentração de minério de ferro gera rejeitos que são armazenados em barragens e pilhas. O aproveitamento destes rejeitos é uma importante contribuição para a geração de coprodutos e principalmente para a redução dos grandes volumes depositados. Diante deste cenário, este projeto visa estudar o aproveitamento das frações de tamanho entre 3350  $\mu\text{m}$  e 106  $\mu\text{m}$  destes rejeitos, para uso como propantes, através de sua caracterização.

## **2. OBJETIVO GERAL**

Realizar a caracterização de rejeitos de mineração para definir suas propriedades físicas e químicas, utilizando a norma API RP 19C/ISO 13503-2:2006, para verificar sua aplicabilidade como propante nas atividades de fraturamento hidráulico em poços de petróleo e gás. As designações de tamanho testadas de possíveis propantes são: - 180 + 150  $\mu\text{m}$  (Areias B1, B1 Não Magnética Rougher e V1), e -212 + 106  $\mu\text{m}$  (Areias B1 e V1). Nesse último caso, a areia B1 Não Magnética Rougher não foi testada devido à indisponibilidade da mesma preparada nessa faixa.

Devido à alteração dos procedimentos para realização das metodologias aplicadas às amostras, o presente trabalho faz a seguinte separação: as seções Metodologia: Etapa 1 e Resultados: Etapa 1 referem-se às amostras - 180 + 150  $\mu\text{m}$  (Areias B1, B1 Não Magnética Rougher e V1). As seções Metodologia: Etapa 2 e Resultados: Etapa 2 referem-se às amostras -212 + 106  $\mu\text{m}$  (Areias B1 e V1).

### **2.1 Objetivos específicos**

- Obtenção da análise granulométrica;
- Caracterização de cada amostra via análise granuloquímica;
- Classificação da forma dos grãos;
- Testes de solubilidade em ácido;
- Testes de turbidez;
- Obtenção da densidade por picnometria (com água); densidade bulk;
- Testes de resistência ao esmagamento;
- Obtenção da perda na ignição do propante de grão inteiro.

### **3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **3.1 Reservatórios de hidrocarbonetos**

Reservatórios de petróleo são formados, em sua maioria, por rochas sedimentares, as quais são resultantes de deposições sucessivas de fluidos e minerais, provenientes de intemperismo, evaporação ou atividade biogênica. Essas rochas reservatórios se caracterizam por serem contínuas e porosas, e exemplos das mesmas são arenitos e calcários. A rocha resultante dessas deposições é formada por uma combinação de compactação e cimentação. O tamanho, forma e topologia das estruturas sedimentares, juntamente com as propriedades termomecânicas na litosfera, determinam muitas das propriedades do reservatório, as quais se relacionam com a produção de hidrocarbonetos (Barbati, 2016).

Materiais orgânicos que se encontram em alguns sedimentos se degradam para formar petróleo e gás, podendo ficar suscetíveis a temperaturas progressivamente maiores. A degradação de materiais orgânicos nessas rochas ocorre em três estágios: diagênese (“aquecimento”, catagênese (“cozimento”) e metagênese (“queima” do material orgânico). A diagênese ocorre na região de temperatura considerada baixa (<50°C) até uma profundidade de várias centenas de metros. Nessa fase, a matéria orgânica é convertida em querogênio, que é conhecido por existir em três tipos, definidos por: origem, estrutura atômica e constituição (Tissot, 1984). As moléculas de petróleo e gás são derivadas do querogênio, durante a fase de catagênese (“cozimento”), que ocorre em temperaturas entre 50°C e 150°C. O gás é gerado principalmente na “extremidade superior” desse intervalo. O material orgânico submetido a temperaturas ainda maiores continua a se degradar em gás seco (metano) (Barbati, 2016).

A porosidade, a saturação de hidrocarbonetos e o volume do reservatório definem a quantidade disponível de hidrocarbonetos a serem extraídos, enquanto a permeabilidade do reservatório define a relativa facilidade com que os hidrocarbonetos podem ser recuperados. Porosidade e permeabilidade são as duas características mais importantes quando se trata de uma rocha reservatório. A porosidade pode ser definida como a fração relativa ao total da rocha que existe como espaço poroso, e a permeabilidade mede a mobilidade do fluxo de fluido através deste espaço poroso, quando submetido à pressão (Wong, 1994). A recuperação de petróleo e gás que dependem da pressão na terra para retirada de hidrocarbonetos é denominada de recuperação

primária. Como a pressão no reservatório diminuirá à medida que os hidrocarbonetos forem recuperados na superfície, o deslocamento positivo da água pode ser utilizado para conduzir os hidrocarbonetos à superfície, processo conhecido como recuperação secundária. Já a recuperação terciária utiliza aditivos químicos e injeção de gás, por exemplo, para retirada de hidrocarbonetos (Kokal, 2010).

### **3.2 Processos de estimulação de poços de petróleo e gás**

Reservatórios não convencionais se caracterizam por uma matriz rochosa em rede de poros que possibilitam a passagem de um fluxo de fluido que, na maioria das vezes, pode ser gás ou petróleo, e comumente a rocha é rica em matéria orgânica. No entanto, devido à natureza da matriz rochosa de baixa permeabilidade, esses reservatórios geralmente necessitam de fraturas naturais e induzidas para permitir a recuperação econômica dos hidrocarbonetos das mesmas (CRAMER, 2008).

Tais reservatórios não convencionais são muito mais abundantes e possuem reservas maiores se comparados com os reservatórios que estão sendo explorados na atualidade. Ademais, é importante que a exploração desses reservatórios se justifique pelo desenvolvimento tecnológico, que diminui consideravelmente o preço das operações, tornando-as economicamente viáveis (OLIVEIRA, 2017).

Tratamentos de estimulação podem ser altamente eficazes. Entretanto, como em qualquer outra atividade industrial, a implantação de técnicas de extração de alto volume podem acarretar em alguns riscos ao meio ambiente, como por exemplo infiltração e contaminação de metano em aquíferos (GANDOSI, 2016).

Na maioria dos casos de estimulação de poços de petróleo e gás, são utilizados dois métodos: acidificação e fraturamento hidráulico (THOMAS, 2001).

#### **3.2.1 Acidificação**

A acidificação da matriz rochosa é uma técnica de estimulação usada para remover danos e/ou aumentar a permeabilidade na área de poucos metros ao redor do poço. Ácidos são injetados na

formação, que geralmente são ácidos clorídrico e fluorídrico, a fim de dissolver parte dos minerais presentes em sua composição, aumentando ou restaurando a permeabilidade do poço. É importante ressaltar que as técnicas de acidificação da matriz são eficazes em formações de permeabilidade regular a boa, especialmente quando as limitações de fluxo são causadas por materiais solúveis em ácido. Para formações de baixa permeabilidade, o fraturamento é mais comumente utilizado (THOMAS, 2001).

### **3.2.2 Fraturamento ácido**

Alguns pesquisadores, como (THOMAS, 2001), classificam o método como acidificação, outros como fraturamento hidráulico, e outros ainda como uma combinação das duas técnicas. Caracteriza-se pela injeção de uma substância ácida na formação, de tal forma que uma fratura hidráulica é iniciada. A condutividade da fratura é obtida por meio da reação do ácido com a rocha, criando canalizações irregulares nas faces da fratura, que permanecerão após o fechamento da mesma. Os comprimentos de fratura são mais reduzidos devido à dificuldade em controlar a reatividade do ácido ao longo da fratura.

### **3.2.3 Fraturamento pneumático**

Geralmente utilizada em reservatórios não convencionais sensíveis a água, frágeis e rasos. Fraturas pneumáticas são geradas quando o ar ou qualquer outro gás é injetado a uma pressão maior que a resistência da rocha. Normalmente, não é necessário a injeção de agentes de sustentação para manter a estabilidade da fratura, pois acredita-se que as fraturas criadas sejam auto-sustentáveis (GANDOSSO, 2015). O fraturamento pneumático possui algumas vantagens, como exemplo a eliminação completa do uso de água e não são necessários aditivos químicos. Porém, fica limitada a possibilidade de operar a grandes profundidades.

### **3.2.4 Fraturamento com carregamento dinâmico**

Caracterizado por não utilizar fluidos, mas ser induzido por um carregamento dinâmico pela detonação de explosivos colocados no fundo do poço ou pela aplicação de impulsos elétricos (GANDOSSO, 2015).

### **3.2.4.1 Fraturamento por explosivo**

Um dos métodos mais antigos para fraturar formações rochosas, mas devido a problemas de danos aos poços, riscos de segurança e o fato de não carregar propante para as fraturas, reduziu-se o número de poços estimulados por explosivos. Ainda assim, é possível pontuar vantagens nas fraturas explosivas:

- Fraturas múltiplas;
- Equipamento mínimo no local;
- Menor custo quando comparado com fraturamento hidráulico.

Todavia, o uso desse método é limitado apenas para pequenos e médios casos.

### **3.2.4.2 Fraturamento elétrico**

No fraturamento elétrico, uma carga elétrica suficientemente alta induzirá cargas mecânicas na rocha, obtendo-se o fraturamento da rocha, sem utilização de fluido de fraturamento. Estudos concluíram que essa técnica não é uma alternativa viável quando comparada ao fraturamento hidráulico, e ainda indicam que estudos precisam ser realizados a fim de se analisar as consequências ambientais geradas pelo método (Kalaydjian & Goffé, 2012).

A utilização de métodos de estimulação de poços de petróleo e gás varia de acordo com a natureza do reservatório ao qual o método é utilizado.

### **3.2.5 Fraturamento hidráulico**

Os hidrocarbonetos são matérias-primas cruciais em todos os setores da economia global. A facilidade de extração dos mesmos se traduz diretamente em disponibilidade de petróleo e menor custo para produtos derivados de petroquímicos. O fraturamento hidráulico é utilizado com a finalidade de aumentar a permeabilidade do maciço rochoso em rochas-reservatório, auxiliando em produção melhorada e maior recuperação econômica final de hidrocarbonetos. O método é utilizado em especial em reservatórios onde a permeabilidade intrínseca é muito

baixa para gerar produção considerável, reservatórios estes usualmente denominados não convencionais (Zangeneh, 2015).

O fraturamento hidráulico cria uma rede de fraturas altamente condutivas na área ao redor de um poço, melhorando a condutividade hidráulica da rocha reservatório e aumentando a área de superfície. O processo se inicia com o bombeamento de um fluido, que será carregado de partículas (propante) na rocha, gerando uma grande pressão. Como a permeabilidade da rocha é muito baixa para acomodar o fluxo, a pressão crescente é aliviada pelo fraturamento da rocha reservatório, gerando um novo caminho de fluxo. A primeira etapa do fraturamento consiste em bombear um fluido livre de sólidos, que inicia a fratura antes da introdução de um fluido carregado de partículas, as quais são denominadas de propante. O fluido carrega e transporta propantes para a fratura, e os propantes formam uma fina camada entre as faces da fratura, de forma a mantê-las abertas no final do processo de fraturamento (Barati, 2014).

O processo de perfuração e fraturamento hidráulico depende criticamente de fluidos complexos. Antes do fraturamento, um poço deve ser perfurado, revestido e cimentado, dentre outros procedimentos inerentes à aplicação dessa técnica de estimulação. A Figura 3.1 ilustra de maneira básica o processo de fraturamento hidráulico.

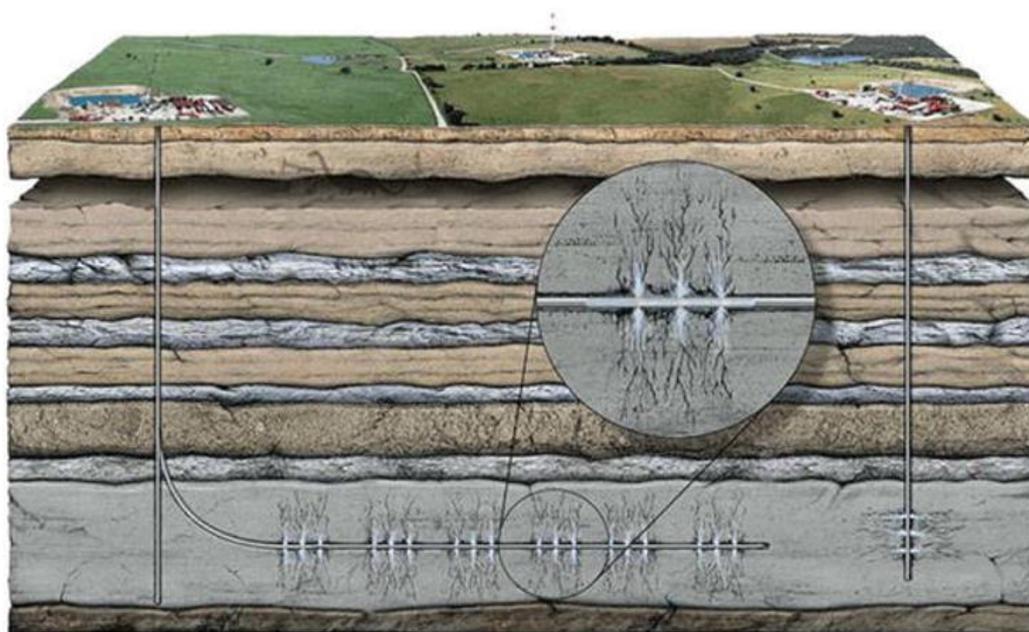


Figura 3.1 - Ilustração básica – Fraturas geradas por processo de fraturamento hidráulico.  
Fonte: Huang L, et al, 2011.

Os fluidos utilizados variam de soluções de polímeros diluídos, soluções de polissacarídeos (reticulados e lineares), espumas (também chamadas de fluidos energizados), fluidos micelares (surfactantes viscoelásticos) e fluidos à base de óleo, e são carregados com partículas de tamanhos, densidades e proporções variadas, para alcançar a combinação desejada de propriedades químicas e mecânicas. Há uma variedade de aditivos que também são adicionados ao fluido de fraturamento em baixas concentrações, de forma a atender diferentes propósitos (Barbati, 2016; Barati, 2014).

### **3.2.5.1 Fraturas geradas**

As fraturas hidráulicas surgem da interação fluido-sólido, resultando em falha mecânica da formação. A orientação, geometria e extensão dessas fraturas dependem fortemente das propriedades mecânicas intrínsecas e do estado de tensão da rocha reservatório. Deseja-se limitar a extensão da fratura hidráulica criada às camadas de interesse, e fraturas e falhas preexistentes podem redirecionar ou modificar a direção de propagação de fraturas induzidas. Em reservatórios convencionais, esse efeito de reorientação geralmente não é forte o suficiente para substituir a orientação global de fratura, que é ditada por tensões litostáticas. Em reservatórios não convencionais, a interação entre a fratura hidráulica e as fraturas e falhas preexistentes tem enorme importância, impactando diretamente na quantidade de área estimulada do reservatório (Barbati, 2016).

### **3.2.5.2 Fluidos de fraturamento**

A escolha dos fluidos é baseada na característica do poço, sendo a maioria dos fluidos de fraturamento utilizados atualmente aquosos. Diesel, álcool e outros fluidos de base orgânica tendem a não serem utilizados, porque podem gerar situações de perigo quando bombeados em altas pressões e em grandes volumes. Os fluidos utilizados contêm diversos aditivos químicos e informações definitivas sobre componentes e concentrações dos mesmos geralmente não são disponibilizadas (Maule, 2013).

### **3.3 Propantes**

Materiais utilizados como propante possuem a finalidade de manter abertas e permeáveis as fraturas geradas por hidrofraturamento, de modo a fornecer um meio para o fluxo de hidrocarbonetos, os quais fluem das rochas reservatório até o poço. Quando somente o fluido é bombeado para dentro das fraturas, na ausência do propante, observa-se um aumento de produtividade inicial, que decai consideravelmente ao longo do tempo, à medida que as fraturas se fecham. Isso se deve às tensões in situ presentes e, por isso, propantes se tornaram uma ferramenta fundamental para que se mantenha a condutibilidade de hidrocarbonetos a longo prazo (Liang, 2015; Belyadi, 2016).

Desde a primeira estimulação de poço de petróleo utilizando propantes, a indústria evoluiu, oferecendo uma variedade de alternativas de materiais para melhor atender às necessidades inerentes ao processo. Atualmente, é possível encontrar propantes que se aplicam a uma diversidade de funções, como por exemplo: auxiliar na detecção da orientação e geometria das fraturas, matrizes para liberar gradualmente aditivos químicos, além de manter um ambiente condutivo nas fraturas (Liang, 2015).

Muitos materiais têm sido utilizados como propantes, incluindo cascas de castanhas, areias naturais, areia recoberta por resina, bauxita e caulim sinterizados, além de variações de zirconita. Contudo, as variedades mais largamente aplicadas no mercado atualmente são areia e propantes feitos à base de cerâmica (Liang, 2015).

#### **3.3.1 Tipos de propantes**

##### **3.3.1.1 Areia**

A areia tem se mantido como principal tipo de propante utilizado pela indústria, devido às suas vantagens econômicas, as quais são fortemente influenciadas pelo seu baixo custo. A areia utilizada é fruto de uma rota de processamento para adequação das características do material do depósito às suas finalidades industriais. Esse processo inclui a retirada de impurezas (aumentando a concentração de quartzo), lavagem, secagem e classificação do material (Liang, 2015).

### 3.3.1.2 Cerâmica

Devido a necessidade de materiais capazes de suportar tensões mais elevadas no interior das fraturas, propantes cerâmicos foram produzidos, oferecendo maior resistência às tensões as quais são submetidos. Segundo Liang (2015), normalmente são produzidos a partir da sinterização de bauxita, caulim e silicato de magnésio ou a partir de uma mistura de bauxita e caulim. Possuem maior resistência ao esmagamento, tolerando ambientes com tensões superiores a 8000(~55.15MPa) ou 10000 (~68.65MPa) psi, além de apresentarem maior uniformidade quanto a sua forma e tamanho. De maneira geral, possuem elevado grau de esfericidade e arredondamento, aumentando a permeabilidade do leito de propante formado no interior da fratura. Ademais, apresentam maior estabilidade química e térmica. Todas essas propriedades combinadas colaboram para oferecer uma alta condutividade à fratura preenchida, a curto e médio prazo. Contudo, sendo um material que possui maior tecnologia em sua produção, representa maiores custos se comparado com a areia ou com a areia recoberta por resina. Alguns autores, como Belyadi (2017) consideram o propante cerâmico como de maior qualidade.

Os propantes cerâmicos podem ser divididos em três grandes categorias, de acordo com sua densidade (Liang, 2015). Podem ser cerâmicas leves, cerâmicas de densidade intermediária e cerâmicas de alta densidade, e no mercado recebem os seguintes nomes, respectivamente: *lightweight ceramics* (LWC), *intermediate density ceramics* (IDC) e *high density ceramics* (HDC). Pode-se dizer que se tratando de grãos de alta qualidade produzidos de maneira a evitar porosidade interna, quanto maior o conteúdo de alumina maior a densidade e resistência à compressão do composto. Geralmente, o LWC possui de 45 a 50% de alumina, IDC possui de 70 a 75% de alumina e HDC contém de 80 a 85% de alumina.

### 3.3.1.3 Areias revestidas por resinas

Materiais utilizados como propantes, como a cerâmica e a areia, podem ter suas partículas recobertas por resina. A maior vantagem relacionada ao recobrimento por resina é que uma vez que a partícula sofre fragmentação, o revestimento é capaz de manter unido em seu interior os finos gerados, prevenindo o retorno pelo poço. Em outros casos, a resina pode atuar de maneira a ligar grãos individuais, também dificultando o retorno do material ao poço. Contudo, como a

resina é feita a partir de polímeros orgânicos, ela tende a ter baixas temperaturas de degradação se comparado com materiais inorgânicos (Liang, 2015; Belyadi, 2016).

O revestimento por resina pode ocorrer em uma instalação dedicada ou no próprio local de perfuração. Dentre os tipos de propantes que normalmente são revestidos por resina, se destacam a areia, que pode se apresentar comercialmente com duas denominações: *Precured Resin-Coated Sand* (PRCS) e *Curable Resin-Coated Sand* (CRCS).

Como apontado por Belyadi (2016), PRCS possui um maior preço se comparada com a areia comum. Devido a isso, seu uso requer uma avaliação econômica criteriosa. PRCS possui um revestimento rígido, lhe fornecendo maior resistência a tensão confinante, sendo utilizada em tensões entre 6000 e 8000 psi, e apresentando maior condutividade se comparada com areia não revestida. Seu revestimento encapsula os finos gerados durante o processo de esmagamento, mas não os aglomera, e esse comportamento reduz a quantidade de material que retorna ao poço. O custo elevado da areia revestida por resina pode potencialmente ser uma das principais razões para sua não utilização em formações com tensões confinantes que excedem 6000 psi.

*Curable Resin-Coated Sand* possui propriedades similares a PRCS. O CRCS tem como principal finalidade mitigar o fluxo de retorno de propante. Mais especificamente o CRCS é bombeado com um reagente químico denominado ativador, capaz de causar o amolecimento da resina e, com ajuda das tensões confinantes em profundidade, provocar a aglutinação dos grãos de propante entre si. Ademais, esse tipo de areia, assim como o PRCS, apresenta uma resistência ao esmagamento de 6000 (~41.37 MPa) a 8000 (~55.16 MPa) psi, como também possui elevado custo de aquisição se comparado com a areia comum. Sua utilização depende da avaliação cuidadosa dos ganhos adicionais que poderiam ser atingidos com o aumento de investimento. A Figura 3.2 e a Figura 3.3 mostram, respectivamente, o CRCS antes da utilização e depois de aglutinado sob as condições do reservatório (Belyadi, 2016).



Figura 3.2 - *Curable Resin-Coated Sand* antes do bombeamento para o poço. Fonte: Belyadi (2017)



Figura 3.3 - *Curable Resin-Coated Sand* sob condições de reservatório.

### 3.3.2 Fatores relevantes

#### 3.3.2.1 Condutividade da fratura

A condutividade da fratura é um dos fatores mais importantes no projeto de hidrofraturamento, sendo considerado como fator chave para o processo. A condutividade da fratura pode ser definida como o produto da permeabilidade do propante com a largura da fratura. Nesse sentido, a condutividade pode ser definida como a habilidade das fraturas em transmitir fluido do reservatório para o furo de poço (Belyadi, 2017). A Equação 3.1 representa o cálculo da condutividade.

Equação 3.1 - Condutividade da fratura

$$\text{Condutividade da Fratura} = K_f * W_f$$

Onde,  $K_f$  é a permeabilidade do propante e  $W_f$  é a largura da fratura.

A condutividade é afetada por diversos fatores assim como aponta Duenckel (2017). Alguns exemplos são o tempo decorrido desde o preenchimento da fratura, deformação inelástica sofrida pelo preenchimento de propante, ciclo de tensão ocorrido ao longo da vida do poço, compactação e fragmentação do propante, diagêneses, formato e tamanho das partículas entre outros.

### 3.3.2.2 Índice adimensional de condutividade da fratura

O índice adimensional de condutividade da fratura pode ser dado pela relação da habilidade da fratura em transmitir fluido do depósito para o furo de poço pela habilidade da formação transmitir fluido para a fratura (Belyadi, 2017). O índice adimensional pode ser representado por  $F_{cd}$  e definido pela Equação 3.2.

Equação 3.2 - Índice adimensional

$$F_{cd} = \frac{K_f * W_f}{K * X_f}$$

Onde,  $K_f$  é a permeabilidade da fratura na formação,  $W_f$  a largura da fratura,  $K$  é a permeabilidade da formação e  $X_f$  é metade do comprimento da fratura.

### 3.3.2.3 Transporte de propante

A compreensão dos mecanismos de transporte de propantes são essenciais para um projeto de hidrofraturamento bem-sucedido e produtividade do depósito (Kim, 2021). O transporte de propantes é definido por quatro mecanismos principais: rolamento, suspensão, saltação e sedimentação (Alotaibi, 2015).

O mecanismo de rolamento ocorre quando a força hidrodinâmica é maior do que a força de atrito segurando a partícula em seu lugar. Nesse caso, a partícula permanece em rolamento enquanto a força de soerguimento é inferior à força gravitacional e ao mesmo tempo que a força hidrodinâmica é grande o suficiente para superar a força de atrito (Kim, 2021). Os mecanismos de rolamento são aqueles que afetam menos a distância de transporte do propante durante seu bombeamento (Dey, 1999). Os mecanismos de rolamento e saltação ocorrem apenas nas camadas superiores das dunas de propante formadas durante seu transporte no interior da fratura (Kim, 2021).

A saltação segue o rolamento quando as forças de soerguimento superam as forças de resistência do fluido e gravitacional da partícula (Kim, 2021). Dufek e Bergantz (2007) demonstraram que a saltação depende do coeficiente de restituição que é definido como a relação da velocidade que a partícula se encontra após a colisão pela velocidade com que entrou em colisão. Nesse caso propantes com uma alta razão de restituição e baixo coeficiente de atrito irão ser transportados por maiores distâncias no interior da fratura.

Os principais mecanismos de transporte de material na fratura são a suspensão e a sedimentação. Quando ocorre a injeção do fluido de hidrofraturamento carregado com propante no poço, este viaja até a fratura por suspensão e se sedimenta. As características físicas do propante e do fluido influenciam diretamente sobre o comportamento da partícula durante os regimes de suspensão e sedimentação (Kim, 2021). A velocidade de sedimentação da partícula pode ser analisada conforme a lei de Stokes que fornece a velocidade de sedimentação de uma única partícula perfeitamente esférica que se sedimenta no interior de uma fratura com dimensões infinitas, ou seja, desconsiderando o efeito das fronteiras do ambiente (Belyadi, 2017). Se o número de Reynolds é menor que 2, a velocidade de sedimentação do propante pode ser obtida conforme a Equação 3.3.

Equação 3.3 - Lei de Stokes para  $Re \leq 2.0$ .

$$v_{ps} = \frac{g(\rho_p - \rho_f)d_p^2}{18\mu}$$

Se o número de Reynolds se encontra entre 2 e 500, então a velocidade do propante pode ser obtida utilizando a Equação 3.4.

Equação 3.4 - Velocidade de sedimentação para  $2 < Re < 500$ .

$$V_{ps} = \frac{20.34(\rho_p - \rho_f)^{0.71} d_p^{1.14}}{\rho_f^{0.29} \mu^{0.43}}$$

Para regimes com número de Reynolds superior a 500 a Equação 3.5 pode ser utilizada.

Equação 3.5 - Velocidade de sedimentação para  $Re \geq 500$ .

$$V_{ps} = 1.74 \sqrt{\frac{g(\rho_p - \rho_f)d_p}{\rho_f}}$$

Onde  $\rho_p$  e  $\rho_f$  são respectivamente a densidade do propante e do fluido,  $\mu$  é a viscosidade dinâmica do fluido,  $d_p$  é o diâmetro da partícula, e  $V_{ps}$  é a velocidade de sedimentação do propante não corrigida.

A lei de Stokes e suas variações para diferentes números de Reynolds mostram, assim como atestado por Kim (2021), que a diferença de densidade entre o fluido e o propante assim como a viscosidade da mistura e o diâmetro da partícula determinam a velocidade terminal de sedimentação do propante. Nesse contexto, a distância percorrida horizontalmente pelo propante pode ser determinada pela velocidade do fluido e a velocidade de sedimentação do propante (Kim, 2021). Como consequência, o material injetado no poço pode ser carregado a maiores distâncias e potencialmente melhorar o preenchimento das fraturas, reduzindo-se sua velocidade de sedimentação.

Tendo isso em vista, Kong (2015) investigou o efeito da velocidade de sedimentação na distribuição e condutividade de fraturas no depósito de xisto de Marcellus e mostrou que ignorar a velocidade de sedimentação do propante poderia levar a superestimativas de mais de 18 % a respeito do índice de produção adimensional. Eles mostraram que em formações com fraturas de baixa espessura e utilizando propantes de maior granulometria houve superestimativas que alcançaram até 38 %.

Como alterações no diâmetro das partículas podem impactar negativamente a condutividade do propante e reduções em sua densidade podem ocorrer, mas com restrições quanto a perda da

resistência ao esmagamento, o parâmetro de maior importância para redução da velocidade de sedimentação de propantes passou a ser a viscosidade do fluido. Nesse caso, assim como apontado por Liang (2015), a visão tradicional, ainda dominante na indústria de petróleo, é de que o parâmetro de projeto mais importante para o fluido de hidrofraturamento é a viscosidade. Por esse motivo, diversos estudos se dedicaram a determinar o mecanismo de deposição de propante para fluidos com diferentes viscosidades.

Kern (1959), em estudos experimentais iniciais, demonstrou que em fluido de baixa viscosidade, propantes que são injetados no início do bombeamento se depositam próximos do furo do poço e início da fratura, ao passo que o material que é injetado posteriormente se deposita mais distante do furo do poço e em maior profundidade na fratura. Sendo assim, a ordem de injeção de material também importa, quando propantes de diferentes tamanhos estão sendo utilizados.

### **3.3.3 Propriedades dos propantes**

#### **3.3.3.1 Tamanho de partículas**

O tamanho das partículas de determinado propante é geralmente indicado pelos valores que representam o limite superior e inferior para aquela faixa de propante, dado em mesh. Por exemplo, 70/140 mesh está entre (210/105  $\mu\text{m}$ ). De maneira geral, no hidrofraturamento, inicialmente são bombeados propantes de menor granulometria para depois serem adicionados propantes de granulometria maior, na tentativa de aumentar a condutividade nas proximidades do furo do poço. Tipicamente, maiores tamanhos de partículas fornecem maior condutividade (Liang, 2015; Belyadi, 2016).

Dessa maneira, é comum a adoção de um cronograma de preenchimento com propantes de vários tamanhos, de acordo com o projeto de estimulação. Contudo, a mistura de vários tamanhos de partículas tem o potencial de redução da permeabilidade, e isso ocorre, por exemplo, quando partículas muito finas de determinado tipo de propante começam a invadir os poros de um propante de maior granulometria (Belyadi, 2016).

Geralmente, propantes de 100 mesh (150  $\mu\text{m}$ ) são os propantes de menor granulometria utilizados durante um trabalho de hidrofraturamento. Desse modo, são normalmente os primeiros a serem bombeados, sendo uma das principais finalidades, dentre outras, de obter a maior área de superfície possível, sendo transportados para regiões mais internas da formação (Belyadi, 2016; Li et al., 2016).

Usualmente, após a injeção de propante de 100 mesh (150  $\mu\text{m}$ ), é adicionado material 40/70 mesh (420/210  $\mu\text{m}$ ) conferindo certa condutividade à fratura. A combinação de material de 100 mesh (150  $\mu\text{m}$ ) com o material de 40/70 mesh (420/210  $\mu\text{m}$ ) é provavelmente a combinação mais comum de areia utilizada na maioria dos depósitos não convencionais de xisto, segundo Belyadi (2017). Alternativamente, também é observada a utilização de propante 30/50 mesh (600/300  $\mu\text{m}$ ) logo após o bombeamento do material de 100 mesh (150  $\mu\text{m}$ ). Propantes 20/40 mesh (841/420  $\mu\text{m}$ ) são geralmente os materiais de maior granulometria utilizados no hidrofraturamento. Normalmente, quando utilizados, são bombeados posteriormente à injeção dos demais, como uma maneira de aumentar a condutividade da fratura nas proximidades do furo do poço (Belyadi, 2016).

Portanto, uma análise de risco deve ser feita com o objetivo de verificar se os ganhos da utilização de materiais mais grosseiros justificam os riscos associados. Em linhas gerais, algumas relações se estabelecem com o tamanho do material e sua performance. Nesse sentido, pode se dizer que existe a tendência de materiais mais grosseiros apresentarem maior condutividade, menor penetração na fratura e maior quantidade de finos gerados quando expostos a forças de fechamento de fratura. O último se deve ao fato de que partículas menores se distribuem melhor à carga imposta a elas.

### **3.3.3.2 Resistência ao esmagamento**

A resistência ao esmagamento de um propante mede a quantidade de finos gerados quando o material é submetido a uma dada tensão. Nesse contexto, o valor K é a tensão de esmagamento a partir da qual 10 % do propante se fragmenta gerando finos ou partículas abaixo do padrão de tamanho (Belyadi, 2017).

A escolha de propantes com resistência ao esmagamento adequada às tensões confinantes observadas no interior da fratura é de suma importância, visto que ela está diretamente relacionada com a condutividade da fratura.

### 3.3.3.3 Grau de arredondamento e esfericidade

O arredondamento mede o quão aguda são as extremidades da partícula de propante. Nesse sentido, maior arredondamento resulta em melhor distribuição de tensões e reduz a fragmentação do material, que por sua vez pode gerar redução da condutividade da fratura para o poço em altas tensões de confinamento (Liang, 2015; Belyadi, 2016). A esfericidade mede o quanto um grão se aproxima do formato de uma esfera (Belyadi, 2016). A Figura 3.4 de Krumbein e Schloss (1963) mostra a escala de referência para medida tanto do grau de arredondamento quanto da esfericidade. De acordo com Belyadi (2016) o Instituto de Petróleo Americano (API) possui como limite recomendado para areia uma esfericidade e arredondamento de 0.6 ou superior.

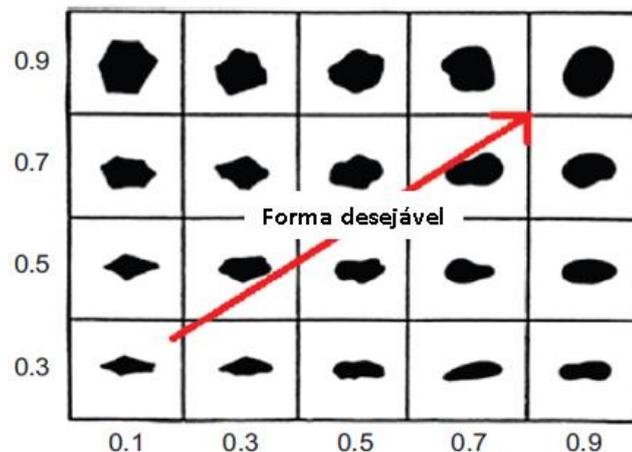


Figura 3.4 - Estimativa visual de esfericidade (eixo y) e arredondamento (eixo x) (Fonte: Krumbein e Schloss, 1963).

De acordo com Liang (2015), nos últimos anos, diferentes formatos de propantes tem sido desenvolvidos além do formato tradicional esférico. Autores como McDaniel *et al.* (2010), Alary (2013) e Edelman *et al.* (2013) desenvolveram estudos a respeito da utilização de materiais com a forma de bastões alongados tendo em vista que quando esse material se acomoda no interior da fratura, podem apresentar maior porosidade e aumentar a condutividade.

Ainda de acordo com Liang (2015), outros estudos assim como o apresentado por Liu *et al.* (2015), procuram investigar a ideia de partículas com o formato adequado para maximizar a força de arraste e assim reduzir a velocidade de sedimentação.

#### **3.3.3.4 Gravidade específica**

Gravidade específica é a medida da densidade absoluta de uma partícula de propante, dividido pela densidade absoluta da água (Belyadi, 2016). Quando se utiliza propantes de alta densidade existem três principais preocupações. Primeiramente propantes de maior densidade implicam em menor volume de fratura preenchido para uma mesma massa de material, em segundo lugar quanto maior a densidade das partículas maior é seu custo e, por último, materiais com maior densidade terão maior velocidade de sedimentação (Liang, 2015).

Em grande parte dos casos a água é utilizada como fluido base para o hidrofraturamento. Nesse contexto, devido a baixa viscosidade, propantes de alta densidade não podem ser carregados de maneira eficiente. Nesses casos, altas taxas de bombeamento são empregadas para transportar o propante para o interior da fratura. Alternativamente, propantes de baixa densidade podem ser mais úteis por reduzir a velocidade de sedimentação do material. Uma maneira de se obter propantes com baixa densidade específica é alterando o material de que o propante é feito (Liang, 2015).

Com a finalidade de reduzir a perda de condutividade da fratura com a fragmentação do preenchimento, propantes de baixa densidade deformáveis foram propostos por Brannon *et al.* (2008).

### **3.4 Determinação de tamanho de partículas em laboratório**

Na medida em que a eficácia de diversas operações unitárias em uma usina se dá em função do tamanho das partículas, o conhecimento das características de tamanho dos materiais é de suma importância. Existem diversos métodos para verificação da distribuição de tamanho das partículas constituintes de um material, sendo a mais utilizada a técnica de peneiramento (Gaudin, 1939; Wills, 2016). No entanto, ressalta-se que, sendo as partículas geralmente de forma irregular, é difícil definir estritamente o que se entende por tamanho de partículas. Além

disso, como não existe uma única técnica de verificação de distribuição de tamanho para as mesmas, irregularidades sistemáticas em dados de laboratório podem ocorrer (Gaudin, 1939).

Considera-se que os resultados mais satisfatórios ao se fazer uma análise granulométrica são obtidos quando a quantidade de material em cada tela de cada peneira utilizada, ao final da operação de peneiramento, não excede a massa necessária para formar uma única camada de profundidade de partículas. No entanto, o número de camadas pode variar (Gaudin, 1939), e a representatividade da amostra global deve ser levada em consideração, de forma a não minimizar em excesso a massa de alimentação de forma a perder a informação de caracterização da amostra global.

Um dos grandes empecilhos para um peneiramento considerado ideal é a aderência de partículas extremamente finas a partículas mais grossas, ou entre si, por ação eletrostática ou pela presença de umidade. Uma maneira de reduzir problemas causados por partículas muito finas na análise granulométrica por peneiramento é realizar uma operação de peneiramento combinado, a úmido e posteriormente a seco (Gaudin, 1939). Ao mesmo tempo, a triboeletricidade, que ocorre quando determinados minerais se tornam carregados eletricamente, pode ocorrer. (Manouchehri, 2001) e esse fator também pode ter influência na eficiência de peneiramento, onde partículas entram em contato umas com as outras e a triboeletricidade pode surgir, influenciando na separação das mesmas.

Minerais com diferentes níveis de energia podem doar ou receber elétrons quando entram em contato entre si. Quando o contato cessa, os minerais são deixados com magnitudes de energia similares mas sinais diferentes. As cargas irão permanecer em materiais semi condutores ou isolantes. A carga final que será deixada na partícula depende das características da mesma (Manouchehri, 2001). Esse fator também pode influenciar na eficiência de separação das partículas em um processo propenso a gerar a triboeletricidade.

A análise granulométrica por peneiramento pode ser utilizada para uma ampla faixa de tamanhos de partículas. As peneiras utilizadas tem designação pelo tamanho nominal de suas aberturas, sendo este tamanho a separação central entre lados opostos de uma abertura quadrada, e o diâmetro nominal de uma abertura circular. Uma variedade de tamanhos padronizados podem ser utilizados, tais como: a norma alemã DIN 4188; o padrão ASTM, E11; a série americana tyler; a série francesa AFNOR; o padrão Britânico, BS 1796 (Wills, 2016).

Métodos modernos de peneiramento permitem que os mesmos sejam aplicados até 5  $\mu\text{m}$ . No entanto o peneiramento não é usualmente realizado para partículas abaixo de 38  $\mu\text{m}$ . Para estes casos, os seguintes métodos são aplicados, embora existam outros: sedimentação, elutrição, microscopia e difração a laser. É importante ressaltar que ao combinar resultados de distribuições geradas por diferentes métodos, os conceitos de designação de tamanho utilizados por cada um devem ser bem compreendidos (Wills, 2016).

### **3.5 Peneiramento Industrial**

O processo de peneiramento industrial envolve o transporte de material pela peneira, estratificação de partículas finas e passagem do undersize pelas aberturas da peneira. Todo o processo depende de diversas variáveis, e a escolha entre peneiramento a seco ou a úmido dependerá da aplicação e das características do material. Processos a seco usualmente são utilizados com baixa frequência e alta amplitude, e processos a úmido realizados com alta frequência e baixa amplitude. Para uma distribuição de tamanho específica, a curva de eficiência (curva de partição) é construída para todas as partículas indicando como cada tamanho  $i$  de partícula presente na alimentação se particiona (é recuperado) para o fluxo de oversize de uma peneira de tamanho de abertura definido. Quando mais próximo o tamanho de corte ( $d_{50}$ ), o qual é definido como tamanho de partícula com 50% de chance de ser direcionada para o oversize ou undersize, estiver do tamanho de abertura da peneira analisada, mais eficiente a peneira é considerada. A curva de partição modela a performance da peneira e tem sido utilizada para simulação e projeto de equipamentos (Ntaja, 2015; Wills, 2016). O tamanho de corte sempre será menor que o tamanho de abertura da peneira analisada (Wills, 2016).

O peneiramento industrial é amplamente utilizado em separações por tamanho de 300 mm até aproximadamente 40  $\mu\text{m}$ , embora a eficiência diminua consideravelmente com a diminuição de tamanho das partículas. O peneiramento a seco é geralmente limitado a materiais acima de 5 mm de tamanho, enquanto o peneiramento a úmido abaixo disso, até 250  $\mu\text{m}$ , é comum (Wills, 2016). O tipo de operação e de materiais sempre devem ser levados em consideração para a escolha do equipamento.

### **3.5.1 Fatores que afetam a performance de peneiramento**

O processo de peneiramento é frequentemente descrito como uma série de eventos probabilísticos, onde as partículas são apresentadas a uma superfície de peneiramento muitas vezes, e em cada situação existe uma determinada probabilidade de que uma partícula de um determinado tamanho passe pela malha. O desempenho de peneiramento é, portanto, afetado por fatores que influenciam a probabilidade de passagem de partículas e fatores que influenciam o número de oportunidades que as partículas têm para passar pela malha da peneira (Wills, 2016).

A performance de peneiramento é influenciada por diversas variáveis. As variáveis operacionais são: distribuição de tamanho de partículas da alimentação; taxa de alimentação; concentração de sólidos na alimentação; densidade do minério; tipo de minério. As variáveis de projeto são: frequência de vibração; amplitude de vibração; modo de vibração; área do painel da tela; área aberta ou efetiva do painel da tela; ângulo de inclinação; tipo de abertura e tamanho de abertura da peneira (Ntaja, 2015).

A seguir algumas variáveis operacionais e de projeto são discutidas.

#### **3.5.1.1 Taxa de alimentação**

A taxa de alimentação é um parâmetro relevante no dimensionamento de peneiras (King, 2001). A determinação da taxa de alimentação deve ser realizada em relação à capacidade da peneira e às condições em que a mesma está sendo operada. Se a capacidade da peneira for respeitada, para um determinado percentual de sólidos na alimentação, há pouca influência na eficiência da peneira quando há aumento de fluxo de alimentação (Ntaja, 2015).

#### **3.5.1.2 Porcentagem de sólidos na alimentação**

Alta concentração de sólidos na alimentação reduz a distância média entre as partículas, restringindo o movimento das mesmas e causando aglomeração. Recomenda-se peneiras com telas mais largas, pois o efeito da água na tela é sentido a uma curta distância a partir do ponto

de alimentação, pois a água percola rapidamente pela tela e se esgota antes que os sólidos cheguem à metade da tela utilizada (Ntaja, 2015).

No entanto, se o peneiramento for realizado a seco, a quantidade de umidade superficial presente na alimentação deve ser considerada. A umidade tende a fazer com que as partículas se aglomerem, causando “cegamento” das aberturas da tela. Medidas podem incluir o uso de decks aquecidos para quebrar a tensão superficial da água entre o fio da tela e as partículas, decks de esferas (uma gaiola de arame contendo esferas diretamente abaixo da superfície da tela) para transmitir vibração adicional à parte inferior da tela ou o uso de materiais contra cegamento nas malhas (Wills, 2016).

### **3.5.1.3 Forma e distribuição de tamanho de partículas na alimentação**

Com a aproximação do tamanho das partículas ao tamanho da abertura da peneira, a chance de passagem pela malha diminui muito rapidamente. A eficiência do processo é consideravelmente reduzida (Wills, 2016). Cegando a tela, essas partículas reduzem a área aberta efetiva da tela e a eficiência de separação. Contudo, a taxa de separação de partículas finas “near mesh” é afetada de forma mais considerável pelas condições operacionais do que pela quantidade das mesmas. No peneiramento a úmido, a estratificação de finos através de partículas mais grossas depende principalmente da quantidade de água de alimentação, sendo o alto teor de água mais eficiente para o processo (Ntaja, 2015).

### **3.5.1.4 Capacidade da peneira**

Capacidade e eficiência são os conceitos centrais quando se fala de performance de peneiramento. A capacidade de uma peneira se relaciona com a quantidade de material que é alimentado na peneira por unidade de tempo por unidade de área da superfície da peneira (Ntaja, 2015). O aumento da capacidade da peneira fará com que sua eficiência diminua (King, 2001).

### **3.5.1.5 Probabilidade de passagem de partículas**

A passagem do undersize pela malha da peneira depende da probabilidade de um tamanho de partícula  $i$  passar por um determinado tamanho de abertura. A função de probabilidade foi

modificada por diferentes autores ao longo do tempo, de modo a tentar modelar o processo de peneiramento. A passagem de partículas menores que o tamanho da malha pela malha também depende da quantidade de material similar em sua vizinhança, bem como da taxa na qual o undersize se estratifica e entra em contato com a malha da peneira. Mesmo com alta taxa de estratificação, o undersize pode ter uma taxa de passagem reduzida devido ao impedimento local causado pelo contato entre essas partículas (Ntaja, 2015).

### **3.5.1.6 Porcentagem de área aberta**

A taxa de passagem do underzise pela malha da peneira depende da área aberta disponível (Wills, 2016). Uma área aberta efetiva muito baixa pode resultar em capacidade reduzida e baixa eficiência de separação, mesmo que as partículas tenham alta probabilidade de passagem (Ntaja, 2015).

A área aberta efetiva da tela para uma largura e comprimento fixos do painel reduz à medida que o tamanho da abertura da peneira fica menor (Wills, 2016). Outros fatores que influenciam incluem a frequência e a amplitude da vibração, o ângulo de inclinação da tela e a densidade aparente. Para que a estratificação contínua ocorra no deck da peneira, o material precisa ser capaz de se mover e se afastar do ponto de alimentação em direção à extremidade de descarga (Ntaja, 2015).

Para um movimento efetivo do material processado, a vibração no deck da tela em uma posição inclinada é induzida, tornando o ângulo da tela um fator crítico. O material é levantado para cima e para baixo repetidamente enquanto se desloca ao longo da superfície da tela, permitindo que as partículas se reorientem e se estratifiquem através do leito formado, ao mesmo tempo em que apresentam as partículas à abertura diversas vezes de modo a aumentar a chance de passagem (Ntaja, 2015).

#### 4. METODOLOGIA: ETAPA 1

Os tópicos descritos nessa seção de metodologia se referem aos métodos aplicados nas primeiras amostras recebidas em laboratório: Areias B1, B1 Não Magnética Rougher e Areia V1. Todos os testes realizados nas mesmas nessa etapa se referem à granulometria entre 180 – 150  $\mu\text{m}$ . Alguns aspectos dessa metodologia são alterados quando aplicados nas amostras recebidas posteriormente, conforme será explicado nas seções referentes às mesmas.

Nessa fase, a granuloquímica da amostra cabeça foi analisada, pois o material que deu origem ao material bitolado estava disponível em laboratório.

Os documentos com os relatórios de ensaios realizados em laboratórios terceirizados, de análise química, solubilidade em ácido, dentre outros, fazem parte de documentos internos e não serão disponibilizados como anexos no presente trabalho.

Ressalvas:

- Os pontos referentes à 4.7.3 foram aplicados com alterações visto que a maior parte dos equipamentos ainda não tinha sido adquirida. Essas alterações serão explicadas abaixo.
- Em 4.7.3.2: a análise granulométrica para verificação da granulometria do material bitolado não foi realizada, visto que não há definição das peneiras que devem ser aplicadas na Norma para material na faixa de 180 – 150  $\mu\text{m}$ .
- Em 4.7.3.4: teste não realizado devido à ausência do turbidímetro.
- Em 4.7.3.6: teste de densidade bulk realizada em proveta, devido à ausência de equipamento; testes de densidade absoluta e aparente não realizados devido à ausência de equipamentos.
- Em 4.7.3.7: as alíquotas preparadas para os testes de resistência ao esmagamento não foram preparadas conforme procedimento em Norma, devido à dificuldade de classificação das massas em faixa tão restrita e devido à ausência de um procedimento padrão para essa faixa na Norma. O granulômetro a laser foi utilizado de maneira a tentar quantificar a massa de finos antes e depois do esmagamento, de maneira a auxiliar na contabilização do que foi efetivamente esmagado. Além disso, o pluviador não foi utilizado para colocar as amostras na célula de esmagamento, pois o mesmo só foi adquirido posteriormente.

## 4.1 Descrição das amostras recebidas

Três tipos de amostras foram recebidas. Quais sejam:

- Areia B1;
- Areia B1 Não Magnética Rougher;
- Areia V1;

As amostras são apresentadas na Figura 4.1. 3 tambores de 200 L cada foram recebidos da Areia B1, um pacote da Areia B1 Não Magnética Rougher, 1 tambor da Areia V1.

Cada amostra foi estudada separadamente. Inicialmente, a umidade das amostras recebidas foi determinada. Após secagem e processos de homogeneização, desagregação e amostragem, a análise granulométrica e análise granuloquímica de cada uma delas foi realizada, e a umidade após secagem determinada. Esses procedimentos fazem parte da caracterização global da amostra, de maneira a conhecer melhor a distribuição de tamanho das partículas, além da distribuição de elementos ou compostos químicos presentes nas mesmas. A distribuição de tamanho das partículas é relevante para a determinação quantitativa de possíveis designações de tamanhos de propantes presentes nas amostras recebidas e posteriores teste de esmagamento. A determinação de teores tem sua relevância, principalmente, na determinação de elementos ou compostos deletérios, sendo o principal deles o Fe, pois óxidos de Fe são solúveis no teste de solubilidade em ácido, teste conforme Norma API 19C.

Após esses procedimentos de caracterização global e de adequação de tamanho das amostras, de maneira a obter alíquotas de faixas de propantes com designações específicas, a caracterização de possíveis designações de tamanhos de propantes foi iniciada, seguindo os procedimentos de testes requeridos pela Norma de Propantes API 19C.



Figura 4.1 – Da esquerda para a direita da imagem: Areia B1, Areia B1 Não Magnética e Areia V1. Aspecto geral conforme recebimento.

Para preparar as amostras para que fossem adequadas aos métodos de análise química, a pulverização foi necessária. As análises foram terceirizadas, assim como o processo de pulverização.

#### **4.2 Secagem, desagregação, homogeneização e amostragem**

Para se obter uma amostra de modo a se realizar análise granulométrica, química ou mineralógica, é necessário dividir a amostra primária em alíquotas de menor massa que sejam representativas, em tamanho e composição, da totalidade do material. A operação realizada com essa finalidade é conhecida como amostragem, que pode ser feita manualmente ou por meio de um dispositivo mecânico.

Os métodos de amostragem requeridos pela Norma se diferem dos aplicados no presente procedimento, pois a Norma API 19C já pressupõe recebimento de lotes em designação de tamanhos específicos. Além disso, a ausência de amostradores específicos requeridos pela Norma (ver Norma API 19C) também justifica a aplicação das etapas descritas nessa seção.

O procedimento se resume em:

- Recebimento de amostras
- Secagem em lona
- Desagregação em peneira
- Homogeneização
- Amostragem

A Figura 4.2 ilustra o processo de homogeneização por pilha cônica e amostragem em divisor de rifles.



Figura 4.2 - Homogeneização por pilha cônica e amostragem em divisor de rifles.

O quarteamento utilizado para redução de amostras até alíquotas de massas menores, também foi utilizado para estimar a quantidade de massa total de cada material recebido após secagem dos mesmos. O tamanho dos quarteadores foi reduzido conforme redução em massa das amostras quarteadas.

A partir da massa da menor alíquota quarteada, e sabendo-se quantos quarteamentos foram realizados, a massa da última alíquota gerada foi duplicada, formando-se o arquivo que a gerou, e esse procedimento foi realizado consecutivamente, pelo número de vezes que a amostra passou por quarteamento, até se alcançar uma estimativa da massa total inicial. Devido às dificuldades em se manusear massas maiores, a precisão quantitativa de massa não era o foco da análise.

### **4.3 Determinação de umidade pré e pós secagem**

A Norma ASTM D2216-19 “*Standard Test Methods for Laboratory Determination of Water (Moisture) Content of Soil and Rock by Mass*” foi utilizada como referência para determinação de umidade das amostras antes e após processo de secagem. Para partículas de até 9,5 mm, uma

massa mínima de 50 g é utilizada. A temperatura da estufa é regulada em  $110 \pm 5$  graus celsius e averiguada com um termostado, e o material mantido em estufa por um tempo entre 12h e 16h, considerado suficiente para secagem. Considera-se para essa análise que as partículas minerais presentes nas amostras não são solúveis em água, e que toda perda de massa verificada se deve à perda de água.

Alíquotas de material antes do processo de secagem são coletadas. Embora o tempo entre coleta e realização do procedimento deva ser o mínimo possível, esse tempo sofreu variação entre a coleta das amostras, pois a precisão quantitativa da umidade não era o foco da análise. A massa de cada uma delas é averiguada em uma balança de precisão de 0,01 g. Para cada material, o teste foi realizado em triplicata, e cada alíquota coletada foi considerada como representativa de todo o material úmido presente de uma mesma amostra, por questões de praticidade de procedimento. As alíquotas de cada material são colocadas na estufa para secagem na temperatura mencionada, até que uma massa constante seja atingida. O recipiente no qual a massa de material é colocada deve ser resistente, principalmente, à corrosão e a mudanças de massa quando sujeito a variação de temperatura. Embora o recipiente deva ser preferencialmente fechado para alíquotas abaixo de 200 g neste método, o recipiente utilizado não foi fechado. O objetivo de obter recipientes fechados é de evitar perda ou ganho de umidade antes e após secagem, mas essa perda não foi considerada significativa para os objetivos da presente análise. O objetivo foi apenas de averiguar a presença de umidade nas amostras de maneira qualitativa, de modo a justificar a necessidade de procedimentos de secagem antes dos procedimentos de homogeneização e amostragem, de maneira a evitar agregados de partículas formados por presença de umidade.

A quantidade de água presente em cada alíquota é calculada utilizando a Equação 4.1.

Equação 4.1 - Quantidade de água presente. Fonte: Norma ASTM D2216-19

$$w = [(M_{cms} - M_{cds}) / (M_{cds} - M_c)] \times 100 = (M_w / M_s) \times 100$$

Onde:

- $W$  = quantidade de água (%)
- $M_{cms}$  = massa do recipiente + massa da amostra úmida (g)
- $M_{cds}$  = massa do recipiente + massa da amostra seca (g)
- $M_c$  = massa do recipiente (g)
- $M_w$  = massa de água ( $M_{cms} - M_{cds}$ ) (g)

- $M_s = \text{massa da amostra seca } (M_{\text{cds}} - M_c) \text{ (g)}$

A média de  $W$  é calculada para cada caso. O procedimento é realizado novamente, da mesma maneira descrita, após a secagem de todo o material, de maneira a averiguar a quantidade de água do mesmo após os procedimentos de secagem. Alíquotas consideradas representativas foram coletadas após procedimento de secagem para os testes de umidade após secagem.

#### **4.4 Densidade real ou relativa de amostras globalmente: picnometria à água**

A determinação de densidade relativa de cada amostra globalmente foi determinada para ser utilizada no cálculo da massa de Gaudin (Eq. 4.3), a qual é a massa máxima que deve ficar retida em cada peneira após peneiramento.

Os procedimentos foram realizados em triplicata para cada amostra são:

- Pesar o picnômetro vazio, previamente limpo e seco.
- Pesar o picnômetro com determinada quantidade de massa previamente estabelecida.
- Pesar o picnômetro com água e minério, de maneira que a água esteja até a borda do picnômetro e de modo que não haja existência de bolhas ou água na superfície externa.
- Pesar o picnômetro apenas com água até a borda, de maneira que a superfície externa esteja seca.

Após obtenção desses dados, a Equação 4.2 foi aplicada para o cálculo da densidade relativa dos sólidos de cada amostra.

Equação 4.2 – Cálculo da densidade relativa (Sampaio, 2007):

$$d_s = \frac{(A_2) - (A_1)}{(A_4 + A_2) - (A_1 + A_3)}$$

Onde:

- $d_s$  = densidade dos sólidos
- $A_1$  = massa do picnômetro

- $A_2$  = massa do picnômetro + amostra
- $A_3$  = massa do picnômetro + amostra + água
- $A_4$  = massa do picnômetro + água

Dessa maneira, a média dos resultados de densidade relativa foi calculada para cada caso.

#### 4.5 Fluxograma: adequação de tamanho das amostras

A distribuição granulométrica de cada amostra recebida possui uma ampla faixa de tamanho. Para realização de testes que possam averiguar se as amostras são propantes comercializáveis, cada amostra testada deve estar em uma designação de tamanho específica, pois a Norma API 19C para propantes pressupõe recebimento de lotes já na designação comercial.

O Fluxograma apresentado na Figura 4.3 foi elaborado de maneira a adequar a granulometria das amostras iniciais recebidas, e tenta ilustrar os procedimentos necessários que antecipam essa adequação. É necessário ressaltar que o objetivo não era de preparar ou produzir distribuição granulométrica para propante. O procedimento só ocorreu porque as amostras não foram recebidas adequadamente.

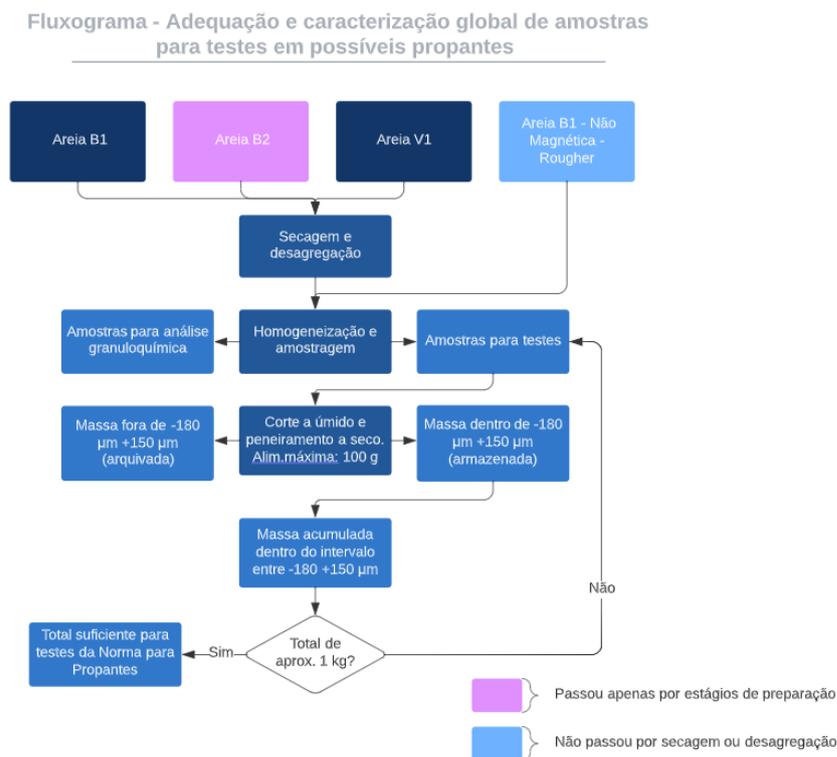


Figura 4.3 - Adequação e caracterização global de amostras. Embora a areia B2 seja citada nesse fluxograma, ela não passou pelos processos de caracterização global e testes requeridos pela Norma no presente trabalho.

O método utilizado para preparação das amostras é analítico e realizado em laboratório. Métodos industriais irão resultar em eficácia diferente.

- As peneiras utilizadas para cortes em peneirador suspenso possuem dimensão de 200 mm de diâmetro e 50 mm de altura.
- As amostras provenientes da análise granulométrica são provenientes de um peneiramento combinado, com corte a úmido de 10 minutos para retirada de agregados e peneiramento a seco de 30 minutos, ambos em peneirador suspenso.
- O processo é realizado para que haja acúmulo de massa na designação de propante testado, de maneira a realizar todos os testes requeridos pela Norma API 19C. Os processos que antecipam essa fase no circuito são necessários para que amostras representativas das amostras iniciais recebidas sejam utilizadas.
- Embora o fluxograma descreva o processo sendo aplicado na designação de propantes – 180 + 150  $\mu\text{m}$ , o mesmo procedimento de adequação é necessário em todos os casos.

#### **4.6 Comparativo: Ro-Tap e peneirador suspenso**

Testes de análise granulométrica foram realizados, em Ro-Tap (10 minutos) e Peneirador suspenso (30 minutos) para os seguintes materiais: Areia B1, Areia B1 Não Magnética Rougher e Areia V1.

O objetivo foi de comparar os resultados de análise granulométrica obtidos pelos dois métodos, de modo a verificar as diferenças entre as distribuições de partículas. A comparação foi realizada de modo a averiguar se o peneirador suspenso poderia ser utilizado de maneira temporária em substituição ao Ro-Tap, o qual é requerido pela Norma API 19C, para os testes iniciais de caracterização de propantes.

Premissas:

- Testes comparativos de análise granulométrica foram realizados em 6 alíquotas, cada 2 delas provenientes dos seguintes materiais: Areia B1, Areia B1 Não Magnética Rougher e Areia V1.

- As alíquotas provenientes de um mesmo material foram homogeneizadas e quarteadas de maneira a serem representativas, de modo a se obter alíquotas pares similares para realização de um teste em cada laboratório.
- As peneiras utilizadas para os testes de análise granulométrica no laboratório da SGS foram as mesmas utilizadas no laboratório da UFMG (LTM). Todas de 200 mm de diâmetro e altura de 50 mm. Peneiras adicionais não foram utilizadas no teste em Ro-Tap.

Todos os materiais testados passaram por corte a úmido por 10 minutos antes do peneiramento a seco realizado, de 30 minutos em peneirador suspenso e 10 minutos em Ro-Tap. Dessa maneira, os balanços foram realizados de maneira a considerar somente a fase de peneiramento a seco e os erros nessas fases, de modo a comparar apenas o comportamento dessas etapas. Os balanços não são globais. As massas retidas em cada uma das peneiras respeita a massa de Gaudin, sendo essa a quantidade máxima de massa permitida como retida em cada peneira sem que se comprometa a classificação de tamanho da mesma.

A equação de Gaudin é apresentada na Equação 4.3.

Equação 4.3 - Equação de Gaudin. Adaptado (Gaudin, 1939).

$$m = \frac{\pi * D^2 * \rho * (d_i + d_s)}{4}$$

Onde:

m= massa massa retida na peneira analisada (g)

$\pi$  = pi

D = diâmetro da peneira (cm)

$\rho$  = densidade da amostra a ser analisada (g/cm<sup>3</sup>)

$d_i$  = abertura da peneira analisada (cm)

$d_s$  = abertura da peneira imediatamente acima da peneira analisada (cm)

A massa “m” é multiplicada por um fator n, sendo este o número de camadas de partículas que se considera aceitável na análise. No caso do presente trabalho, a equação foi utilizada com n = 3, e também testada com n = 2, para aumentar o rigor averiguação da massa retida nas peneiras nas análises granulométricas. Os tipos de equipamentos utilizados são mostrados na Figura 4.4 a qual ilustra os modelos em questão.



Figura 4.4 - Peneirador suspenso. Laboratório de processamento mineral – UFMG e Ro-Tap RX-29. Medicaexpo, 2022.

## 4.7 Caracterização tecnológica global

### 4.7.1 Análise granulométrica

A análise granulométrica foi adotada para medir a distribuição de tamanho de cada material recebido. Faz parte da caracterização de cada material em sua totalidade. Os tamanhos de peneiras foram estabelecidos de maneira a incluir todos os tamanhos de designações de propantes presentes na Norma API 19C, além de manter certo padrão de série tyler para minério de ferro típico. As designações de tamanhos para propantes são apresentadas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Peneiras utilizadas para análise granulométrica dos materiais recebidos – Designações de intervalos de possíveis propantes. Fonte: API 19C

Tamanho de abertura das peneiras ( $\mu\text{m}$ )											
	3350/ 1700	2360/ 1180	1700/ 1000	1700/ 850	1180/ 850	1180/ 600	850/ 425	600/ 300	425/ 250	425/ 212	212/ 106

Todas as massas utilizadas como alimentação respeitam a massa de Gaudin. Todos os materiais passaram por corte a úmido de 10 minutos, para retirada de partículas menores que 38  $\mu\text{m}$ , as

quais podem formar agregados em partículas de granulometria maior, e posterior peneiramento a seco de 30 minutos em peneirador suspenso.

É importante ressaltar que as peneiras apresentadas fazem parte das séries utilizadas, mas não são as únicas. As seguintes peneiras também foram utilizadas nas análises: 75  $\mu\text{m}$ , 53  $\mu\text{m}$ , 38  $\mu\text{m}$ .

#### **4.7.2 Análise química: fluorescência por raios-x**

A fluorescência de raios -X (FRX) foi utilizada para se determinar a composição química das amostras, e realizada principalmente para Fe e  $\text{SiO}_2$ .

Para a análise de FeO, utiliza-se o método de titulação química, o qual determina a quantidade de íons férricos ( $\text{Fe}^{2+}$ ) na amostra (Laboratory Testing, 2019). A análise para FeO não foi realizada, apenas para o Fe elementar. O teste de perda por ignição (LOI) foi realizado para se determinar a quantidade de substâncias voláteis (água cristalizada,  $\text{CO}_2$ , entre outros).

As análises químicas foram realizadas para cada uma das amostras retidas nas peneiras, além das amostras cabeça de cada material, e um pacote de análise para minério de ferro típico foi utilizado. Toda a preparação de amostra, incluindo pulverização e amostragem de cada alíquota, foi realizada pelo Laboratório contratado para essas análises. O intuito principal é a verificação quantitativa de elementos deletérios (em especial Fe) para o caso de possíveis faixas de propantes presentes no material analisado.

É importante destacar que a análise granuloquímica das faixas presentes nos materiais fornece uma estimativa desses teores. As mesmas faixas bitoladas industrialmente, com outros tipos de peneiras, podem ter teores diferentes, visto que as eficiências de peneiramento de laboratório e industrial se diferem. Os teores podem dar uma estimativa sobre a solubilidade em ácido dos materiais.

### 4.7.3 Testes requeridos pela Norma de propantes API 19C

Todos os testes descritos nos subítens do presente ítem se referem aos testes requeridos pela Norma de propantes API 19C.

#### 4.7.3.1 Fluxograma resumido: testes

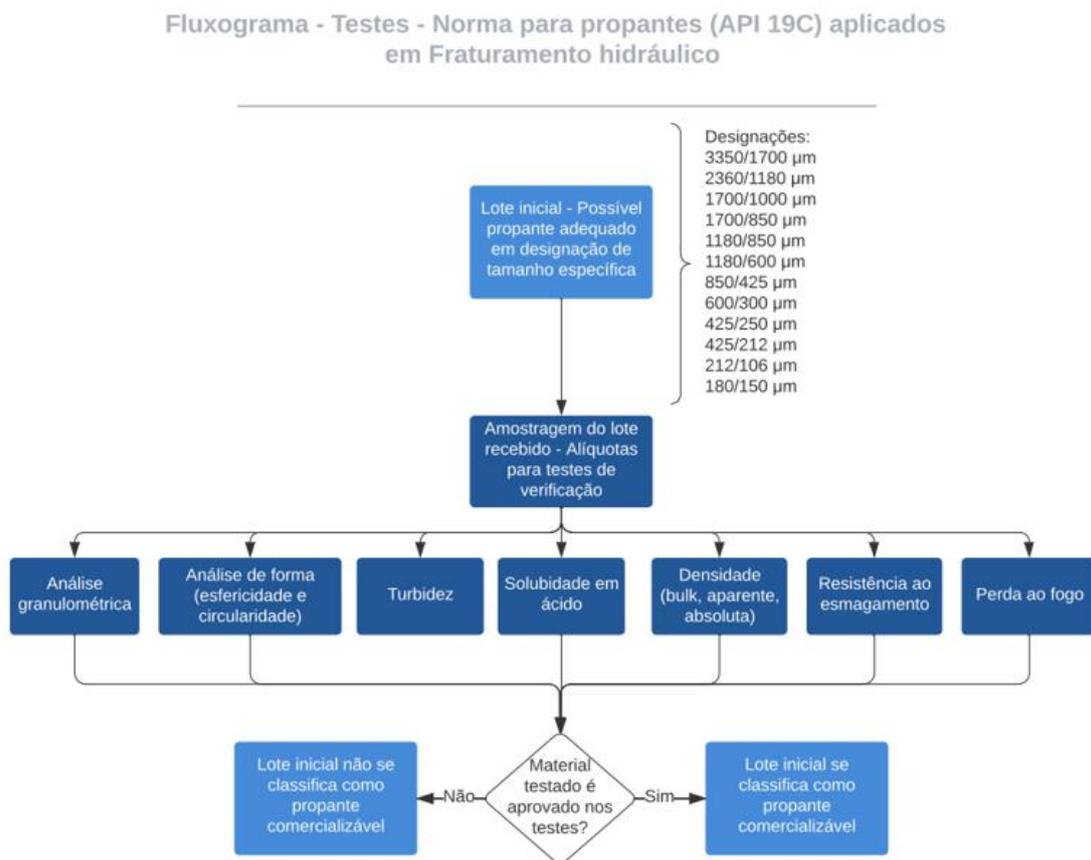


Figura 4.5 - Fluxograma resumido de testes requeridos pela Norma de propantes API 19C

A Norma de propantes API 19C pressupõe que o material recebido já se encontra em uma das designações possíveis de tamanho de partículas de propantes. O fluxograma resume de maneira sucinta os testes requeridos para que uma material seja categorizado como propante comercializável ou não.

Todos os testes mencionados no fluxograma apresentado na Figura 4.5 devem seguir a Norma de propantes API 19C.

#### 4.7.3.2 Análise granulométrica

Este teste se refere à análise granulométrica de um lote de possível propante que já se encontra em uma determinada designação de tamanho de propante.

O teste visa averiguar se um mínimo de 90 % do material se encontra dentro de uma designação de tamanho testada, de maneira a permitir que do total, 10 % se encontre fora desse intervalo, mas que respeite, quantitativamente, uma granulometria máxima e mínima dentro de uma série de peneiras determinada.

As peneiras utilizadas precisam estar de acordo com a ASTM Sieve Series, sendo elas de 200 mm de diâmetro ou equivalente. Uma série de peneiras deve ser a série utilizada para os testes de distribuição granulométrica do material sendo averiguado como propante, e uma réplica dessa série deve ser utilizada para os procedimentos de calibração das peneiras utilizadas. Os procedimentos de calibração são definidos na ASTM E11, Norma citada na Norma API 19C, e não serão descritos no presente trabalho.

As séries de peneiras a serem utilizadas para testar a distribuição granulométrica de cada designação de propante, assim como o procedimento detalhado para análise granulométrica que deve ser realizado, podem ser encontradas na Norma API 19C.

As seguintes condições precisam ser respeitadas para que o material cumpra as exigências do teste de análise granulométrica:

- A primeira especificação é sobre a massa inicial utilizada no peneiramento, que deve ser entre 80 e 100 g.
- A segunda especificação diz respeito à diferença entre a massa inicial,  $m_{init}$ , e a soma de todas as massas retidas nas peneiras.. Essa diferença deve ser de no máximo de 0,5 %.
- A terceira especificação se refere à quantidade de material retida na peneira presente no topo da série. Essa massa deve ser de no máximo 0,1 % da massa total.
- A quarta especificação se refere à massa de propante retida no fundo da série utilizada. Ela deve ser no máximo de 1 % da massa total.
- A quinta e última especificação se refere à porcentagem de propante contido no intervalo de interesse, que deve ser de no mínimo 90%.

É importante ressaltar que para o propante entre as faixas 80/100 mesh, que se refere ao intervalo – 180 + 150  $\mu\text{m}$ , a Norma utilizada como referência, API 19C, não apresenta série definida para teste de distribuição granulométrica. Devido a esse fator e ao fato da faixa de tamanho ser muito estreita, e a preparação da massa bitolada da mesma ter sido feita com peneiras de laboratório, o material foi considerado já adequado na faixa desejada, e a série de peneiras com teste em Ro-tap para essa faixa não foi realizado.

O d50, tamanho no qual 50 % das partículas são passantes (passante acumulada), pode ser determinado graficamente após a análise granulométrica realizada.

#### **4.7.3.3 Esfericidade e arredondamento**

As análises de arredondamento e esfericidade das amostras foram estimadas visualmente de acordo com Krumbein-Sloss, utilizando um microscópio de luz refletida. Parâmetros de arredondamento e esfericidade são considerados úteis para a avaliação visual de propantes.

A esfericidade define o quão próximo o propante se aproxima da forma esférica e o arredondamento é uma medida da curvatura do grão, ou arredondamento das bordas.

Teoricamente, o arredondamento dos grãos e a proximidade de tamanho tende a dar mais uniformidade ao pacote de propante, melhorando a distribuição de tensões as quais as partículas estão sujeitas e consequentemente reduzindo o esmagamento das mesmas.

De acordo com a Norma API 19C, os procedimentos para essa análise são, basicamente:

- Uma amostragem deve ser realizada da amostra em designação de tamanho de propante especificada. A amostra final deve ter sido reduzida a uma amostra que forma camada única de partículas quando disposta em recipiente para análise em microscópio.
- A monocamada de partículas deve ser analisada em microscópio óptico capaz de ampliação de 10 a 40 vezes.
- Cada partícula observada deve ser contabilizada e as partículas presentes na monocada devem estar distanciadas.
- A esfericidade e arredondamento são parâmetros determinados pelo comparador de Krumbein-Sloss apresentado, e essa análise de forma deve ser realizada para cada partícula individualmente, do total de partículas presentes no campo de visão no

microscópio. Uma média da esfericidade e arredondamento é feita e considerada como valor final para o material estudado. A esfericidade e arredondamento mínimo definido pela Norma é 0,7.

#### 4.7.3.4 Turbidez

De acordo com a Norma API 19C, O teste de turbidez determina a quantidade de partículas em suspensão. Basicamente, esse teste mede uma propriedade óptica de uma suspensão, que resulta em espalhamento e absorção de luz pela matéria de partículas suspensas no fluido. Quanto maior a turbidez, maior a quantidade de partículas suspensas.

Os procedimentos para essa análise são, basicamente:

- Para a designação de tamanho de possível propante testada, fazer a amostragem até que se atinja uma alíquota de  $50 \text{ g} \pm 20 \text{ g}$ .
- Da alíquota preparada, acumule massa suficiente para ocupar  $20 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$  de propante seco e, em um erlenmeyer de 250 ml, adicione a massa equivalente a  $20 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$  a  $100 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$  de água destilada ou desionizada. Deixe o erlenmeyer em repouso por  $30 \text{ minutos} \pm 1 \text{ minuto}$ .
- Coloque o erlenmeyer em um recipiente que possua movimento de vibração, com oscilações por minuto de  $385 \pm 10 \%$  e ângulo de movimento de  $10 \text{ graus} \pm 1 \text{ grau}$ . Optar pela maior frequência disponível. Ligue o recipiente com vibração por  $30 \text{ segundos} \pm 5 \text{ segundos}$ . Remova o erlenmeyer e deixe-o em repouso por  $5 \text{ minutos} \pm 1 \text{ minuto}$ .
- Utilizando uma seringa, extrair  $25 \text{ ml}$  de água e sólidos em suspensão, próximo ao centro do volume no erlenmeyer, sem que haja retirada de partículas de propantes.
- Colocar a alíquota de água com partículas suspensas em um frasco e em seguida no turbidímetro devidamente calibrado. Registrar a turbidez da amostra com o máximo de precisão do equipamento, em NTU (Unidade de Turbidez Nefelométrica).

A turbidez medida não poderá exceder 250 NTU.

#### 4.7.3.5 Solubilidade em ácido

Ensaio de solubilidade em ácido são utilizados para determinar a aplicabilidade de um propante em ocasiões em que o material deve entrar em contato com ácidos. O ensaio de solubilidade em ácido é preferencialmente conduzido usando uma solução de 12:3 HCl:HF de ácido. A solubilidade do material neste ácido é considerada como uma indicação da quantidade de materiais solúveis contidos no propante como, por exemplo, carbonatos, feldspatos, óxidos de ferro, dentre outros.

Os ensaios foram terceirizados e realizados no Laboratório Preisser.

Os procedimentos para essa análise são, basicamente:

- Cinco gramas (5 g) de amostras representativas do propante que não passaram por separação por tamanho ou ensaio de esmagamento devem ser preparadas.
- Uma solução 12:3 HCl:HF com gravidade específica de 1.08 a 15.6°C deve ser preparada.
- A massa amostrada deve passar por secagem a uma temperatura de 105°C até atingir massa constante.
- A amostra de propante deve ser adicionada em um “beaker” de polietileno de 250 ml contendo 100 ml da solução de ácido preparada. O beaker deve ser tampado com um vidro de relógio de polietileno. O ácido e as amostras devem estar à temperatura ambiente, 22°C ±3°C
- O beaker deve ser colocado em banho de água quente à 66°C por 30 minutos sem agitação.
- A mistura de propante deve ser filtrada atentando-se para transferir todas partículas para o filtro. Técnicas de filtragem à vácuo devem ser utilizadas para remover o ácido da amostra dentro de um minuto.
- Lave o aparato de filtragem ao menos três vezes com volume de água o suficiente para inundar as partículas remanescentes.
- Secar o filtro e a amostra retida à 105°C por pelo menos uma hora até que a massa fique constante. Resfriar e pesar tanto o filtro quanto a amostra.

A solubilidade em ácido pode ser calculada a partir da Equação 4.4.

Equação 4.4 - Solubilidade em ácido. Fonte: Norma API 19C

$$S_{1,2:3} = \frac{m_s + m_f - m_{fs}}{m_s} * 100$$

Onde:

- $m_s$  é a massa da amostra, expressa em gramas.
- $m_f$  é a massa do filtro, expressa em gramas.
- $m_{fs}$  é a massa seca do filtro contendo o propante, expressa em gramas.

A solubilidade em ácido deve ser menor que 2% ou 3%, dependendo da granulometria. Para a granulometria – 180 + 150  $\mu$ m e para – 212 + 106  $\mu$ m, a solubilidade em ácido deve ser menor que 3 %.

#### **4.7.3.6 Densidade: bulk, absoluta, aparente**

De acordo com a Norma API 19C, a densidade bulk descreve a massa de propante que consegue preencher uma determinada unidade de volume, e inclui propante e porosidade. Essa densidade é utilizada para se determinar a massa de propante necessária para se preencher uma fratura ou um tanque de armazenamento, por exemplo. A densidade aparente é medida com um líquido de baixa viscosidade que consegue “molhar” a superfície das partículas e inclui os poros, os quais são inacessíveis para o fluido. Já a densidade absoluta exclui os poros que podem estar presentes nas partículas de propante, assim como os espaços vazios entre as partículas.

##### **4.7.3.6.1 Densidade bulk**

O procedimento de determinação da densidade bulk pode ser fundamentalmente compreendido como a adição do material em um cilindro com dimensões e volume bem conhecidos para posterior obtenção da densidade bulk do material por meio da razão da massa adicionada pelo volume do cilindro. O procedimento pode ser melhor entendido assim como se segue:

- A amostra de propante a ser testada não deve possuir temperatura inferior a 18°C e superior a 29°C. Um beaker deve ser preenchido com 150 ml de propante a ser testado.
- Com um funil com a saída fechada colocado centralizado sobre o recipiente cilíndrico que receberá a massa de propante a ser testada, o propante deve ser despejado a partir do beaker para o funil.
- A saída do funil deve ser aberta deixando o propante cair livremente.
- Imediatamente após o esvaziamento do funil, passe uma lamina sobre a abertura do recipiente cilíndrico para nivelar a superfície do propante. É importante evitar vibrações ou choques para não provocar a acomodação das partículas.
- Meça a massa do cilindro juntamente com o propante em seu interior.
- Calcular a densidade bulk,  $\rho_{\text{bulk}}$ , expressa em gramas por centímetro cúbico, a partir da Equação 4.5.

Equação 4.5 - Densidade Bulk. Fonte: Norma API 19C

$$\rho_{\text{bulk}} = \frac{m_2 - m_1}{V_{\text{cyl}}}$$

Onde:

- $m_1$  é a massa do cilindro seco, expressa em gramas.
- $m_2$  é a massa do cilindro cheio com propante, expresso em gramas.
- $V_{\text{cyl}}$  é o volume do cilindro, expresso em centímetros cúbicos.

Os resultados de testes de densidade bulk apresentados na seção dos resultados apresentam densidade bulk mínima e máxima, de maneira a elucidar a diferença de valores quando há compactação proposital das partículas, os quais tem impacto no cálculo da massa utilizada nos testes de resistência ao esmagamento. Os valores de densidade bulk mínima são aplicados.

#### 4.7.3.6.2 Densidade absoluta

A densidade absoluta do propante pode ser medida utilizando um picnômetro à gás::

- O copo de amostra do picnômetro à gás é preenchido com um volume de amostra compatível obtida por meio de amostragem. O propante deve ser seco à 105°C até

atingir massa constante. Depois de resfriada até a temperatura ambiente é medida a massa de propante dada por  $m_p$ .

- Coloque o copo de amostra com propante no compartimento de amostra do picnômetro e o prenda firmemente no lugar. Preencha o compartimento de amostra com gás à pressões que não excedam 15 kPa.
- Meça o volume da amostra por meio dos procedimentos padrão do fabricante do picnômetro.
- Faça cinco medidas de volume da amostra de propante,  $V_i$ , em centímetros cúbicos. Calcule o volume médio,  $V_{avg}$ , do propante.
- A densidade absoluta,  $\rho_{abs}$ , expressa em gramas por centímetros cúbicos, pode ser calculada pela Equação 4.6.

Equação 4.6 - Densidade absoluta. Fonte: Norma API 19C

$$\rho_{abs} = \frac{m_p}{V_{avg}}$$

Onde:

- $m_p$  é a massa de propante da amostra, expressa em gramas.
- $V_{avg}$  é a média de cinco medidas de volume, expressa em centímetros cúbicos.

#### 4.7.3.6.3 Densidade aparente

A densidade aparente de propantes em óleo pode ser determinada por:

- Encha o frasco de Le Chatelier com o fluido de teste (óleo de parafina, querosene ou similar, com uma viscosidade máxima de 5 centipoises à temperatura de uso) até o ponto do “pescoço” do frasco entre a marcação de 0 a 1 ml, sem deixar o fluido molhar as paredes do “pescoço” do frasco. Se o “pescoço” do frasco acima do bulbo inferior se molhar, o propante pode se obstruir quando introduzido.
- Gravar o volume inicial de fluido,  $V_{init}$ .
- Pesar a massa de propante a ser utilizada. No caso de areias naturais é utilizada uma massa entre 48 e 54g.

- Adicione a amostra de propante cuja massa foi medida ao frasco.
- Coloque a rolha no frasco.
- Gentilmente tome e role o frasco até que todas bolhas de ar sejam removidas e não haja nenhum propante no pescoço do frasco.
- Faça a leitura e grave o volume final do líquido  $V_f$ .
- Calcule a densidade aparente,  $\rho_{ap}$  expressa em gramas por mililitros assim como a Equação 4.7.

Equação 4.7 - Densidade aparente. Fonte: Norma API 19C

$$\rho_{ap} = \frac{m_p}{V_f - V_{init}}$$

Onde:

- $m_p$  é a massa de propante seco, expressa em gramas.
- $V_f$  é o volume final de líquido, expresso em mililitros.
- $V_{init}$  é o volume inicial de líquido, expresso em mililitros.

#### 4.7.3.7 Resistência ao esmagamento

O ensaio de esmagamento é utilizado para determinar a quantidade de propante fragmentado quando submetido a uma dada tensão. Seu resultado é a tensão que o material sendo utilizado como propante deve ser submetido para que 10 % de sua massa se fragmente em partículas de tamanho inferior ao limite inferior de tamanho de sua faixa de propante. Portanto, é uma medida que permite a comparação da resistência ao esmagamento de diferentes materiais.

O ensaio foi realizado na MTS do Laboratório de Tecnologia de Rochas do Departamento de Engenharia de Minas da UFMG, máquina servo controlada e capaz de manter o controle da tensão aplicada.

Para realização do ensaio de esmagamento, uma amostra na faixa granulométrica do propante a ser testado é preparada. Para determinação da quantidade de massa de material a ser utilizada por ensaio, a Equação 4.8 é aplicada.

Equação 4.8 - Massa de material de propante ( $m_p$ ) a ser utilizada. Norma API 19C

$$m_p = 24,7 \times \rho_{\text{bulk}}$$

Onde:

- 24,7 é o volume de propante requerido em um único ensaio de esmagamento, expresso em centímetros cúbicos.
- $\rho_{\text{bulk}}$  representa a densidade bulk, expressa em gramas por centímetro cúbico.

O ensaio possui basicamente três componentes principais, sendo eles a prensa, responsável pela aplicação da tensão sobre o propante; a célula de carga; o recipiente onde será depositado o propante a ser esmagado durante o ensaio; e o pluviômetro, equipamento responsável por despejar o propante no interior da célula de carga de maneira que as partículas se acomodem devidamente e não sejam formadas “dunas” na superfície do material.

Desse modo, uma vez preparada a massa de propante a ser utilizada no ensaio em uma designação de tamanho de propante específica, este é depositado no interior da célula de carga utilizando-se o pluviômetro. Cuidados devem ser tomados para que o recipiente não sofra vibrações durante o seu manuseio, de modo a evitar a acomodação das partículas, e dunas na superfície do material.

A força máxima a ser aplicada durante o ensaio de esmagamento pode ser calculada com a Equação 4.9.

Equação 4.9 - Força máxima ( $F_{tc}$ ) a ser aplicada. Fonte: Norma API 19C

$$F_{tc} = 2026,8 \times \sigma$$

Onde:

- 2026,8 é a área interna da célula de carga, em milímetros quadrados.
- $\sigma$  é a tensão máxima que se pretende atingir, em megapascal.

A taxa de carregamento do ensaio deve ser mantida constante, no valor de 13,8 MPa por minuto e, após atingida a tensão máxima, a mesma deve ser mantida por 120 segundos. Após realizado o esmagamento, a massa é retirada da célula de esmagamento e peneirada por pelo menos 15 minutos conforme descrição da Norma API 19C para análise granulométrica de propante.

O resultado do ensaio é dado pela fração passante na peneira de menor abertura, correspondente ao tamanho mínimo que aquele tipo de propante pode ter, e todos os resultados devem ser feitos em triplicata. Desse modo, a resistência ao esmagamento em dada tensão é fornecido pela média dos três ensaios realizados com a mesma tensão de esmagamento.

A resistência ao esmagamento do propante é dada pela tensão capaz de gerar 10 % de material passante na peneira de abertura igual ao limite inferior de tamanho para o propante a ser testado.

#### **4.7.3.8 Perda por ignição (PMI)**

A perda por ignição ou perda “ao fogo” é utilizada para se determinar a quantidade de material orgânico no material.

Uma mufla é utilizada, com capacidade de se atingir temperatura de pelo menos 927 graus celsius. Cadinhos de incineração são utilizados no procedimento, devido às altas temperaturas aplicadas.

O procedimento de perda ao fogo é usualmente realizado ao se fazer o requerimento de análise química, e esse foi o caso do presente trabalho.

#### **4.7.4 Granulômetro a laser**

Complementar à caracterização, o granulômetro a laser CILAS 1190 com líquido foi utilizado, de forma a investigar com uma metodologia diferente do peneiramento, a distribuição granulométrica das partículas bitoladas em  $-180 + 150 \mu\text{m}$  antes e após os testes de resistência ao esmagamento. O equipamento em questão é ilustrado na Figura 4.6.



Figura 4.6 - Granulômetro a laser CILAS 1190. Acilweber, 2022:  
<https://www.acilweber.com.br/>

A luz do laser passa através de uma suspensão diluída das partículas que serão testadas, as quais circulam através de uma célula óptica interna. A luz é espalhada pelas partículas, e é detectada por um detector, o qual mede a intensidade da luz em vários ângulos. Uma teoria de espalhamento da luz é utilizada para calcular a distribuição de tamanho de partículas a partir do padrão de distribuição de luz. Partículas mais finas irão gerar mais espalhamento do que partículas mais grossas (Wills, 2016).

Esses instrumentos geram resultados reproduzíveis. No entanto, a teoria de espalhamento de luz não fornece uma definição de tamanho compatível com outros métodos, como o método de peneiramento. Na maioria das aplicações de processamento mineral as distribuições de tamanho de difração a laser tendem a parecer mais grosseiras do que as produzidas por outros métodos. Além disso, os resultados podem ser influenciados pelos índices de refração relativos das partículas sólidas e do meio líquido, e também da forma das partículas, fatores que devem ser “descontados” da análise (Wills, 2016). Dessa maneira, esses instrumentos devem ser utilizados com cautela, assim como a interpretação dos dados gerados.

## **5. RESULTADOS: ETAPA 1**

Os resultados apresentados nessa seção se referem às primeiras amostras recebidas em laboratório: Areia B1; Areia B1 Não Magnética Rougher; Areia V1. Todos os testes realizados nas mesmas se referem à granulometria entre 180 – 150  $\mu\text{m}$ , conforme descrito em Metodologia: Etapa 1.

## 5.1 Amostras após secagem

A Figura 5.1 apresenta alíquotas das amostras após processo de secagem.

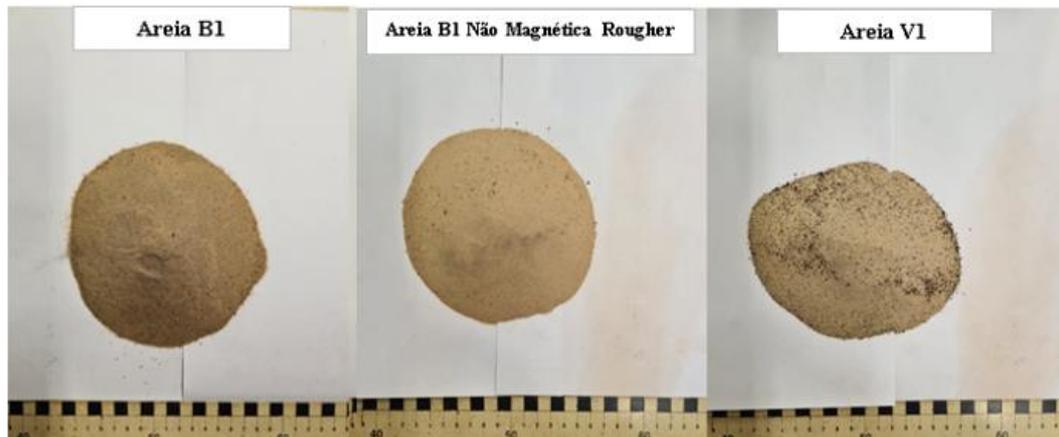


Figura 5.1 - Alíquotas das amostras após processo de secagem. Da esquerda para direita da imagem: Areia B, Areia B1 Não Magnética Rougher e Areia V1.

Nota-se a diferença em coloração entre os materiais apresentados, sendo a Areia B2 de coloração mais escura e a Areia B1 Não Magnética Rougher mais clara.

## 5.2 Estimativas de massas recebidas

A estimativa de massas recebidas é apresentada na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 - Estimativa de massas

Estimativa de massa por quarteramento	
Material	Recebida (kg)
Areia B1	653,08
Areia B1 Não Magnética - Rougher	18,52
Areia V1	228,14

Todas as massas foram estimadas por quarteramento, conforme explicado na metodologia.

## 5.3 Determinação de umidade pré e pós secagem

A umidade dos materiais antes e após processo de secagem é apresentada na Tabela 5.2.

Tabela 5.2 - Estimativa de umidade

Estimativa de umidade - Norma ASTM D2216-19		
Material	Umidade - Pré secagem (%)	Umidade - Pós secagem (%)
Areia B1	5,12	0,32
Areia B1 Não Magnética - Rougher	-	-
Areia V1	21,3	0,04

A determinação da umidade teve como objetivo justificar o procedimento de secagem prévia dos materiais antes da realização de testes com os mesmos. O objetivo não foi de quantificar precisamente o teor de umidade.

#### 5.4 Comparativo: Ro-tap e peneirador suspenso

Os resultados comparativos sugerem maior eficiência de peneiramento com o rotap. O equipamento utiliza menor tempo (10 minutos) com relação ao peneirador suspenso (30 minutos) para se alcançar quantidades similares de porcentagem retida nas peneiras. Mantendo-se a ressalva de que pode haver erros de amostragem, erros operacionais e que as amostras não eram padronizadas, os resultados sugerem que a porcentagem passante acumulada é ainda maior no rotap. Além disso o rotap não exige configuração externa.

O tempo de 30 minutos no peneirador suspenso foi estabelecido após realização de testes cinéticos comparativos, não expostos em detalhes no presente trabalho, de maneira a se verificar em qual tempo as quantidades de massas retidas se tornavam estáveis e se equiparavam quantitativamente às massas retidas no peneiramento utilizando o rotap em 10 minutos .

##### 5.4.1 Areia B1

O comparativo de distribuição granulométrica entre Ro-Tap e peneirador suspenso é apresentado na Tabela 5.3 e Figura 5.2.

Tabela 5.3 - Comparativo - Distribuição granulométrica - Areia B1

Areia B1 - Balanço parcial - Peneiramento a Seco							
Comparativo - Rotap SGS (10 min) - LTM Pen. Suspensão (30 min)							
Tamanho (µm)	Retida simples (%) SGS	Retida simples (%) LTM	Erro absoluto (%)	Pass. acumulada (%) SGS	Pass. acumulada (%) LTM		
2360	0,00	0,00	0,00	100,00	100,00		
1700	0,00	0,08	0,08	100,00	99,92		
1180	0,72	0,65	0,06	99,28	99,26		
1000	0,24	0,23	0,01	99,04	99,03		
850	1,02	0,94	0,08	98,02	98,09		
600	1,34	1,46	0,11	96,68	96,64		
425	2,16	2,03	0,14	94,51	94,61		
300	3,71	2,71	0,99	90,81	91,89		
250	2,27	3,62	1,36	88,54	88,27		
212	4,87	5,85	0,99	83,68	82,42		
180	4,98	5,73	0,75	78,70	76,69		
150	5,64	9,08	3,44	73,05	67,62		
106	29,78	27,45	2,33	43,27	40,16		
75	17,66	16,08	1,58	25,61	24,09		
53	16,11	13,49	2,61	9,51	10,59		
38	9,18	9,61	0,43	0,32	0,98		
0	0,32	0,98	0,66	0,00	0,00		
	100,00	100,00					

As massas retidas nas peneiras respeitam a equação de Gaudin

Perda de massa (%):	1,62	0,32
---------------------	------	------

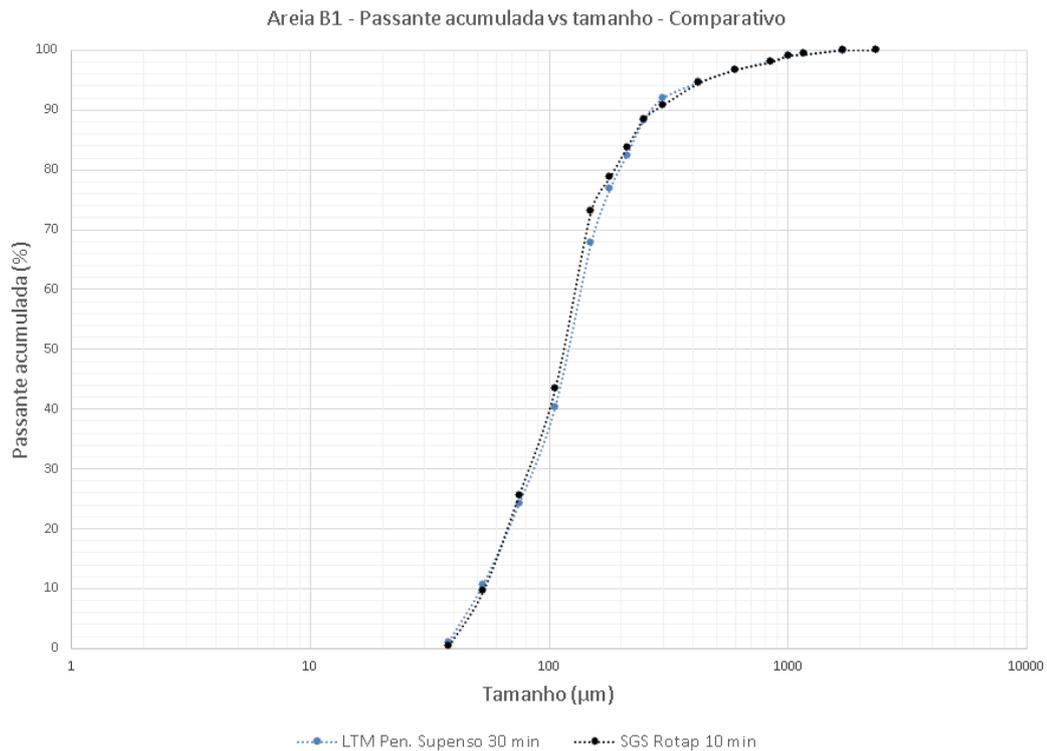


Figura 5.2 - Comparativo – Passante acumulada vs tamanho – Areia B1

O máximo de erro absoluto obtido entre as % retidas simples fica em torno de 3 pontos percentuais.

#### 5.4.2 Areia B1 Não Magnética Rougher





Em relação a todos os testes comparativos apresentados, foca-se no erro absoluto com relação às % retidas simples quando comparadas entre os dois métodos (peneirador suspenso e Ro-Tap), pois dois pontos devem ser levados em consideração: o impacto da diferença em pontos percentuais entre retida simples na massa, ao analisar o teor das faixas retidas em análise granulométrica (caracterização global das amostras) e o impacto dessa diferença na realização dos cortes para as faixas de propantes, mais especificamente na faixa do propante 180  $\mu\text{m}$  - 150  $\mu\text{m}$ , a qual foi a faixa utilizada para comparação.

Deve-se levar em conta que mesmo com amostras representativas em duplicata, elas não são idênticas, e diferenças nas distribuições podem ocorrer. As diferenças obtidas entre % retidas são consideradas muito pequenas em todos os casos. Mesmo que as amostras fossem testadas em um mesmo equipamento, em condições operacionais idênticas, essa diferença poderia ocorrer, visto que alguns erros são inerentes ao processo ou difíceis de controlar. Dessa maneira, considera-se aceitável a utilização do peneirador suspenso temporariamente para realização de análise granulométrica global e dos cortes nas faixas de possíveis propantes.

## 5.5 Caracterização Tecnológica Global

### 5.5.1 Areia B1: -180 $\mu\text{m}$ + 150 $\mu\text{m}$

#### 5.5.1.1 Análise granuloquímica

A distribuição granuloquímica parcial do material é apresentada na Tabela 5.6.

Tabela 5.6 - Análise granuloquímica parcial. Areia B1

Areia B1 - Análise granuloquímica						
Abertura ( $\mu\text{m}$ )	Retida simples (%)	Passante acumulada (%)	PPC 1000°C	SiO <sub>2</sub> (%)	Fe Tot (%)	
2360	0,00	100,00	-	-	-	
1700	0,08	99,92	-	-	-	
1180	0,60	99,32	4,76	31,47	43,54	
1000	0,21	99,11	4,16	35,66	41,09	
850	0,86	98,24	4,29	38,86	38,73	
600	1,34	96,90	3,60	42,59	36,72	
425	1,87	95,04	2,77	55,04	28,75	
300	2,50	92,54	1,77	70,16	19,17	
250	3,34	89,20	0,85	83,35	10,78	
212	5,39	83,82	0,44	89,46	6,91	
180	5,27	78,54	0,38	92,33	5,00	
150	8,36	70,19	0,22	94,36	3,78	
106	25,27	44,91	0,13	94,98	3,27	
75	14,80	30,11	0,15	92,75	4,87	
38	8,85	8,84	0,30	77,21	15,50	
0	8,84	0,00	1,39	37,96	41,18	
	100,00	Teor global recalculado	0,54	83,06	11,14	
		Teor global analisado	0,55	82,29	11,75	
		Teor global analisado	0,63	82,67	11,45	

Obs: as massas retidas na série de peneiras obedecem a equação de Gaudin

O teor de Fe em todas as faixas excede 2 %. A tabela completa de distribuição granulométrica é apresentada no Apêndice 1.

Estimativa de retida contida nos intervalos de tamanhos para possíveis propantes, e o teor de Fe recalculado por intervalo, são apresentados na Tabela 5.7.

Tabela 5.7 - Estimativa de retida contida e teores por intervalo. Areia B1

Areia B1 - Estimativa de massa contida nos intervalos					
Intervalos ( $\mu\text{m}$ )	Retida contida (%)	Fe Tot (%)	Valor (kg)	Massa (kg) a ser peneirada para retirada de 1 kg	Tempo (h)
1700-1000	0,82	42,90	5,33	122,55	919
1700-850	1,68	40,75	10,96	59,57	447
1180-850	1,08	39,20	7,03	92,88	697
1180-600	2,42	37,83	15,79	41,37	310
850-425	3,21	32,08	20,95	31,17	234
600-300	4,37	23,27	28,51	22,91	172
425-250	5,83	14,38	38,09	17,14	129
425-212	11,22	10,79	73,28	8,91	67
212-106	38,90	3,62	254,07	2,57	19
180-150	8,36	3,78	54,58	11,97	90

Massa total da amostra: 653,08 kg

Obs: estimativa de massa a ser peneirada sem considerar intercalamento dos intervalos

Obs: tempo estimado considerando alimentação de 100 g, peneiramento de 30 minutos, preparação de 15 minutos

Observa-se que os últimos 3 intervalos (425-212  $\mu\text{m}$ , 212-106  $\mu\text{m}$ , 180-150  $\mu\text{m}$ ) de tamanhos para possíveis propantes possuem quantidade de retida % contida mais expressiva. O teor de Fe nesses intervalos e em todos os outros excede 2%.

### 5.5.1.2 Esfericidade e arredondamento

A análise de forma focando nos aspectos de esfericidade e arredondamento foi realizada com base na contagem de partículas referente à Figura 5.5.

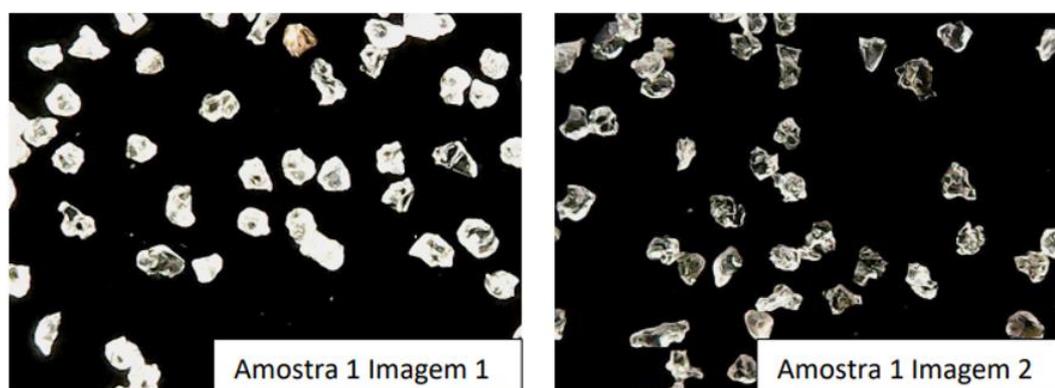


Figura 5.5 - Imagem com partículas analisadas. Areia B1

Os resultados médios de esfericidade/arredondamento são apresentados na Tabela 5.8.

Tabela 5.8 - Resultados médios de esfericidade/circularidade. Areia B1

Amostra 01	
Imagem 01	0,81/0,68
Imagem 02	0,68/0,55
<b>Valor médio:</b>	<b>0,75/0,62</b>

O resultado de valor médio para a esfericidade de 0,75 atende o requerido pela Norma, de 0,7. Já o valor médio de arredondamento, de 0,62 está abaixo de 0,7.

### 5.5.1.3 Solubilidade em ácido

A solubilidade em ácido do material foi de 0,21 % (< 3 %) conforme laboratório terceirizado para realização dessa análise.

### 5.5.1.4 Densidades

#### 5.5.1.4.1 Densidade bulk

Os valores mínimos e máximos de densidade bulk determinados com uma proveta de 10 ml, conforme descrito em metodologia para densidade bulk no presente relatório, são mostrados na Tabela 5.9.

Tabela 5.9 - Valores mínimos e máximos de densidade bulk. Areia B1

Material	Densidade Bulk - 180 µm + 150 µm - Proveta de 10 ml utilizada	
	Densidade bulk mínima (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade bulk máxima (g/cm <sup>3</sup> )
Areia B1	1,339	1,528
	1,394	1,509
	1,354	1,487
	1,346	1,493
	1,367	1,504
Média:	1,360	1,504

Obs: densidade bulk mínima determinada evitando vibração manual das partículas

Obs: densidade bulk máxima determinada após vibração manual das partículas

A média mínima e máxima para o material são, respectivamente: 1,360 g/cm<sup>3</sup> e 1,504 g/cm<sup>3</sup>.

Ressalta-se que os valores determinados são considerados “provisórios”, pois os aparatos utilizados para obter esses valores não possuem as mesmas dimensões descritas na Norma (funil e cilindro de dimensões específicas, consultar API 19C para mais informações).

A densidade bulk é relevante principalmente para determinação da massa que será utilizada no teste de resistência ao esmagamento de cada um dos materiais presentes. Nota-se nítida diferença entre os valores mínimos e máximos para cada um dos materiais, onde os valores mínimos foram determinados de maneira a evitar a compactação das partículas, e os valores máximos foram determinados de maneira em que as partículas foram propositalmente compactadas na proveta de 10 ml.

### 5.5.1.5 Resistência ao esmagamento

Previamente à realização do teste de resistência ao esmagamento, análises da distribuição granulométrica do material antes e após esmagamento foram realizadas via granulômetro a laser. Esse equipamento foi utilizado em substituição ao peneirador nessa etapa, devido à problemas de cegamento de peneiras observados para a faixa de -180 µm + 150 µm. O objetivo era quantificar a massa passante em 150 µm antes e após esmagamento, de maneira a conseguir quantificar a massa que efetivamente sofreu esmagamento.

A Figura 5.6 mostra curvas típicas geradas pelo equipamento.

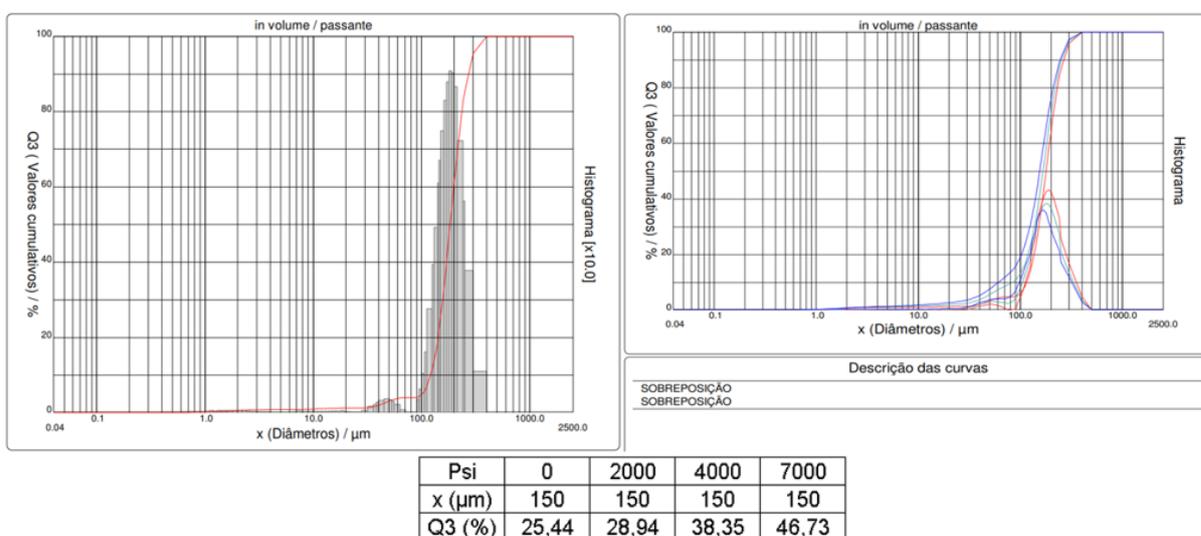


Figura 5.6 - Distribuição acumulada gerada pelo granulômetro a laser. Imagem à esquerda: Areia B1 pré esmagamento. Imagem à direita: Areia B1 pós esmagamento em tensões diversas.

A imagem à esquerda da Figura 5.6 se refere à distribuição acumulada do material bitolado em  $- 180 + 150\mu\text{m}$  antes do esmagamento. Já a imagem à direita se refere às distribuições acumuladas do material após teste de resistência ao esmagamento nas seguintes tensões: 2000 psi, 4000 psi e 7000 psi. O eixo x se refere aos diâmetros das partículas ( $x \mu\text{m}$ ) e o eixo y à passante acumulada (Q3) em um determinado tamanho  $x$ . As distribuições foram geradas pelo equipamento tomando como base que o tamanho das partículas é gerado usando como referência o volume das mesmas, considerando que são esferas.

Nota-se pelas distribuições acumuladas que a massa passante acumulada em  $150 \mu\text{m}$  é cada vez maior com o aumento da tensão aplicada. Um outro aspecto importante é a descontinuidade no canto das curvas de distribuição acumulada, sugerindo presença de finos entre  $10$  e  $100 \mu\text{m}$ .

A Figura 5.7 e Tabela 5.10 resumem os resultados apresentados. O gráfico gerado de % passante em  $150 \mu\text{m}$  em função da tensão aplicada já desconta a quantidade de partículas  $- 150 \mu\text{m}$  estimadas pelo granulômetro em alíquotas que não passaram pelo teste de resistência ao esmagamento.

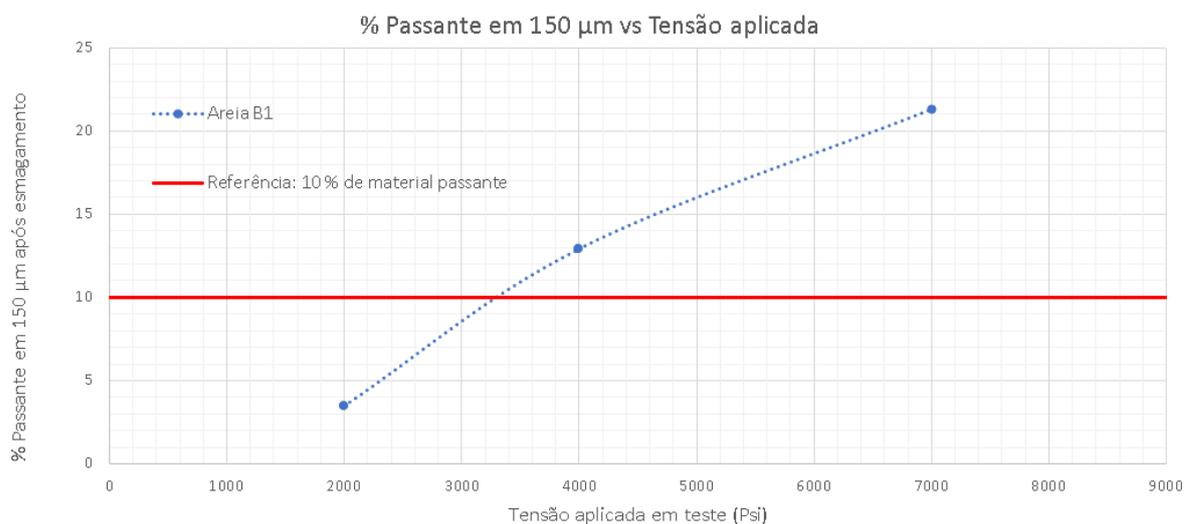


Figura 5.7 - Passante acumulada em  $150 \mu\text{m}$  em função da tensão aplicada. Areia B1

Tabela 5.10 - Passante acumulada (%) em 150 µm em função da tensão aplicada (Psi). Areia B1

Quantificação de massa - 150 µm após esmagamento	
Psi	Areia B1
2000	3,50
4000	12,91
7000	21,29
Massa - 150 µm pré esmagamento pelo Gran.a laser:	
	25,44

Os resultados sugerem que o material gera 10 % de material passante em 150 µm em uma tensão de aproximadamente 3200 psi.

## 5.5.2 Areia B1 Não Magnética Rougher: -180 µm + 150 µm

### 5.5.2.1 Análise granuloquímica

A distribuição granuloquímica parcial do material é apresentada na Tabela 5.11.

Tabela 5.11 - Análise granuloquímica parcial. Areia B1 Não Magnética Rougher

Areia B1 Não Magnética - Rougher - Análise granuloquímica					
Abertura (µm)	Retida simples (%)	Passante acumulada (%)	PPC (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	Fe Tot (%)
600	0,00	100	-	-	-
425	0,18	99,82	0,64	93,19	3,53
300	0,91	98,90	0,32	96,70	1,94
250	1,63	97,27	0,31	98,15	1,04
212	4,35	92,92	0,23	98,71	0,74
180	6,04	86,88	0,06	98,90	0,71
150	8,26	78,62	0,10	98,99	0,62
106	33,69	44,93	0,08	98,71	0,84
75	18,28	26,65	0,08	98,13	1,23
53	14,64	12,01	0,10	96,82	2,13
38	7,70	4,31	0,19	92,64	4,82
0	4,31	0,00	2,72	62,35	23,33
	100,00	Teor global recalculado	0,22	96,29	2,36
		Teor global analisado	0,12	95,93	2,73

Obs: as massas retidas na série de peneiras obedecem a equação de Gaudin

O teor de Fe nas faixas + 424, + 53 e + 38 µm excede 2 %. A tabela completa de distribuição granuloquímica é apresentada no Apêndice 2.

Estimativa de retida contida nos intervalos de tamanhos para possíveis propantes, e o teor de Fe recalculado por intervalo, são apresentados na Tabela 5.12.

Tabela 5.12 - Estimativa de retida contida e teores por intervalo. Usina Brucutu – Areia 1 Não Magnética Rougher

Areia B1 Não Magnética - Rougher - Estimativa de massa contida nos intervalos					
Intervalos ( $\mu\text{m}$ )	Retida contida (%)	Fe tot (%)	Valor (kg)	Massa (kg) a ser peneirada para retirada de 1 kg	Tempo (h)
425-250	2,55	1,36	0,44	39,26	294
425-212	6,90	0,97	1,20	14,50	109
212-106	47,99	0,78	8,34	2,08	16
180-150	8,26	0,62	1,44	12,10	91

Massa total da amostra: 18,52 kg

Obs: estimativa de massa a ser peneirada sem considerar intercalamento dos intervalos

Obs: tempo estimado considerando alimentação de 100 g, peneiramento de 30 minutos, preparação de 15 minutos

Observa-se que os últimos 2 intervalos (212-106  $\mu\text{m}$ , 180-150  $\mu\text{m}$ ) de tamanhos para possíveis propantes possuem quantidade de retida % contida mais expressiva. O teor de Fe nesses intervalos e em todos os outros se encontra abaixo de 2%.

### 5.5.2.2 Esfericidade e arredondamento

A análise de forma focando nos aspectos de esfericidade e arredondamento foi realizada com base na contagem de partículas referente à Figura 5.8.

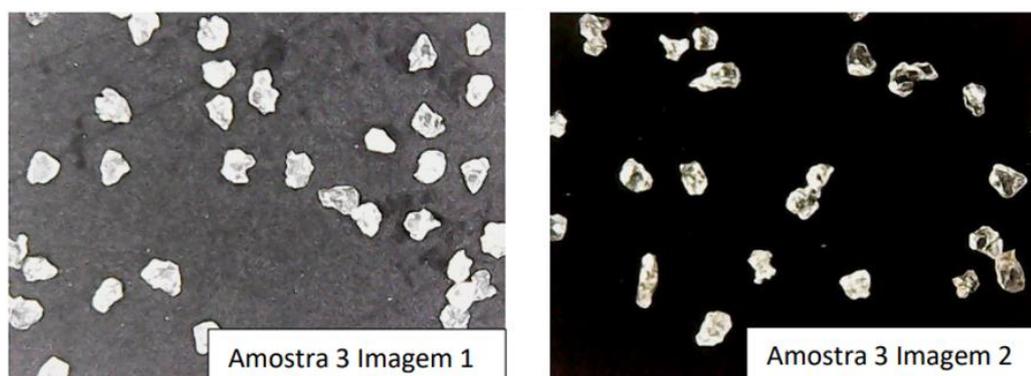


Figura 5.8 - Imagem com partículas analisadas. Areia B1 Não Magnética Rougher.

Os resultados médios de esfericidade/arredondamento são apresentados na Tabela 5.13.

Tabela 5.13 - Resultados médios de esfericidade/circularidade. Areia B1 Não Magnética Rougher

Amostra 03	
Imagem 01	0,79/0,61
Imagem 02	0,80/0,73
<b>Valor médio:</b>	<b>0,8/0,62</b>

O resultado de valor médio para a esfericidade de 0,8 atende o requerido pela Norma, de 0,7. Já o valor médio de arredondamento, de 0,62 está abaixo de 0,7.

### 5.5.2.3 Solubilidade em ácido

A solubilidade em ácido do material foi de 0,25 % (< 3 %) conforme laboratório terceirizado para realização dessa análise.

### 5.5.2.4 Densidades

#### 5.5.2.4.1 Densidade bulk

Os valores mínimos e máximos de densidade bulk determinados com uma proveta de 10 ml, conforme descrito em metodologia para densidade bulk no presente relatório, são mostrados na Tabela 5.14.

Tabela 5.14 - Valores mínimos e máximos de densidade bulk. Areia B1 Não Magnética Rougher.

Material	Densidade Bulk - 180 µm + 150 µm - Proveta de 10 ml utilizada	
	Densidade bulk mínima (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade bulk máxima (g/cm <sup>3</sup> )
	1,385	1,472
Areia B1 Não Magnética	1,397	1,482
Rougher	1,417	1,468
	1,328	1,464
	1,378	1,488
Média:	1,381	1,475

Obs: densidade bulk mínima determinada evitando vibração manual das partículas  
 Obs: densidade bulk máxima determinada após vibração manual das partículas

A média mínima e máxima para o material Areia B1 Não Magnética Rougher são, respectivamente: 1,381 g/cm<sup>3</sup> e 1,475 g/cm<sup>3</sup>.

### 5.5.2.5 Resistência ao esmagamento

Previamente à realização do teste de resistência ao esmagamento, análises da distribuição granulométrica do material antes e após esmagamento foram realizadas via granulômetro a laser. Esse equipamento foi utilizado em substituição ao peneirador nessa etapa, devido à problemas de cegamento de peneiras observados para a faixa de  $-180 \mu\text{m} + 150 \mu\text{m}$ . O objetivo era quantificar a massa passante em  $150 \mu\text{m}$  antes e após esmagamento, de maneira a conseguir quantificar a massa que efetivamente sofreu esmagamento.

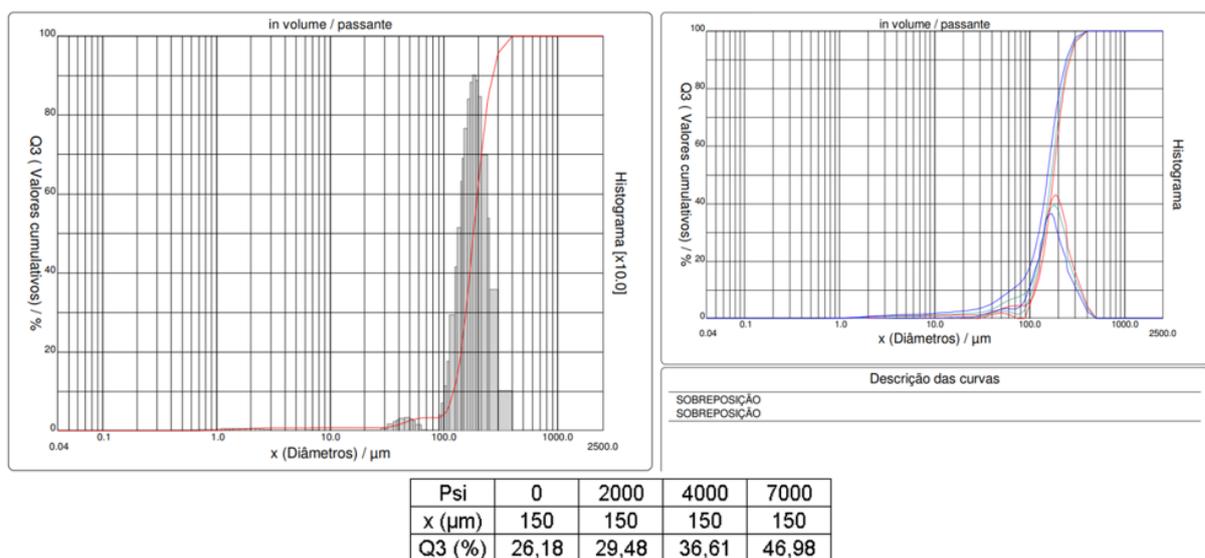


Figura 5.9 - Distribuição acumulada gerada pelo granulômetro a laser. Imagem à esquerda: Areia B1 Não Magnética Rougher pré esmagamento. Imagem à direita: material Areia B1 Não Magnética pós esmagamento em tensões diversas.

A imagem à esquerda da Figura 5.9 se refere à distribuição acumulada do material bitolado em  $-180 + 150 \mu\text{m}$  antes do esmagamento. Já a imagem à direita dessa figura se refere às distribuições acumuladas do material após teste de resistência ao esmagamento nas seguintes tensões: 2000 psi, 4000 psi e 7000 psi. O eixo x se refere aos diâmetros das partículas ( $x \mu\text{m}$ ) e o eixo y à passante acumulada (Q3) em um determinado tamanho x. As distribuições foram geradas pelo equipamento tomando como base que o tamanho das partículas é gerado tomando como referência o volume das mesmas, considerando que são esferas.

Nota-se pelas distribuições acumuladas que a massa passante acumulada em  $150 \mu\text{m}$  é cada vez maior com o aumento da tensão aplicada. Um outro aspecto importante é a descontinuidade no canto das curvas de distribuição acumulada, sugerindo presença de finos entre 30 e  $100 \mu\text{m}$ .

A Figura 5.10 e a Tabela 5.15 resumem os resultados. O gráfico gerado de % passante em 150  $\mu\text{m}$  em função da tensão aplicada já desconta a quantidade de partículas - 150  $\mu\text{m}$  encontradas pelo granulômetro em alíquotas que não passaram pelo teste de resistência ao esmagamento.

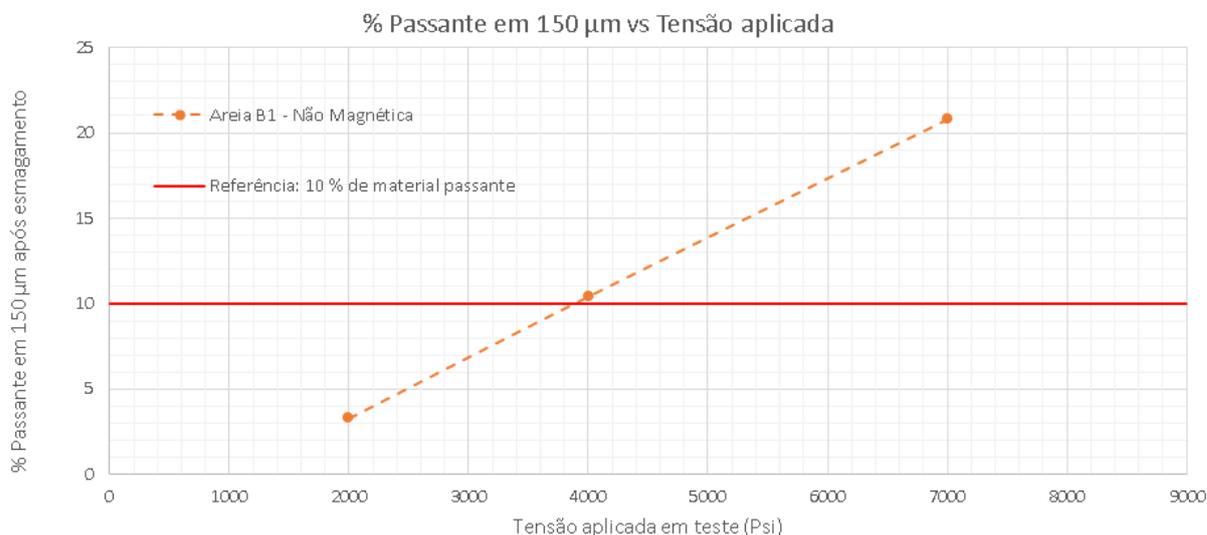


Figura 5.10 - - Passante acumulada em 150  $\mu\text{m}$  em função da tensão aplicada. Areia B1 Não magnética rougher

Tabela 5.15 - Passante acumulada (%) em 150  $\mu\text{m}$  em função da tensão aplicada (Psi). Areia B1 Não Magnética Rougher

Quantificação de massa - 150 $\mu\text{m}$ após esmagamento	
Psi	Areia B1 Não magnética rougher
2000	3,30
4000	10,43
7000	20,80
Massa - 150 $\mu\text{m}$ pré esmagamento pelo Gran. a laser:	
	26,18

Os resultados sugerem que o material gera 10 % de material passante em 150  $\mu\text{m}$  em uma tensão de aproximadamente 3800 psi.

### 5.5.3 Areia V1: -180 $\mu\text{m}$ + 150 $\mu\text{m}$

#### 5.5.3.1 Análise granuloquímica

A distribuição granuloquímica parcial do material é apresentada na Tabela 5.16.

Tabela 5.16 - Análise granuloquímica parcial. Areia V1.

Areia V1 - Análise granuloquímica						
Abertura (µm)	Retida simples (%)	Passante acumulada (%)	PPC (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	Fe Tot (%)	
1700	0,00	100	-	-	-	
1180	0,32	99,68	6,47	39,25	35,69	
1000	0,17	99,51	0,00	38,27	41,01	
850	0,84	98,67	6,13	40,20	34,97	
600	1,41	97,26	5,91	42,61	33,37	
425	2,28	94,98	4,33	57,15	24,95	
300	6,48	88,50	1,43	84,57	9,17	
250	4,68	83,82	0,42	95,07	3,02	
212	12,68	71,14	0,31	96,80	1,93	
180	12,91	58,23	0,15	97,81	1,35	
150	14,49	43,74	0,20	98,14	1,12	
106	30,36	13,38	0,14	98,14	1,18	
75	8,65	4,73	0,19	96,83	2,04	
53	2,87	1,86	0,31	93,65	4,14	
38	0,36	1,50	5,51	76,36	12,41	
0	1,50	0,00	1,05	53,58	31,04	
	100,00	Teor global recalculado	0,56	93,42	3,99752	
		Teor global analisado	0,72	93,29	4,0042	

Obs: as massas retidas na série de peneiras obedecem a equação de Gaudin

O teor de Fe nas faixas + 1180, + 1000, +850, +600, + 425, + 300, + 75, + 53, +38 excede 2 %.

A tabela completa de distribuição granuloquímica é apresentada no Apêndice 3

Estimativa de retida contida nos intervalos de tamanhos para possíveis propantes, e o teor de Fe recalculado por intervalo, são apresentados na Tabela 5.17.

Tabela 5.17 - Estimativa de retida contida e teores por intervalo. Areia V1.

Areia V1 - Estimativa de massa contida nos intervalos					
Intervalos (µm)	Retida contida (%)	Fe Tot (%)	Valor (kg)	Massa (kg) a ser peneirada para retirada de 1 kg	Tempo (h)
1180-850	1,01	35,97	2,28	99,07	743
1180-600	2,42	34,45	5,48	41,33	310
850-425	3,69	28,17	8,35	27,10	203
600-300	8,76	13,28	19,82	11,42	86
425-250	11,15	6,59	25,25	8,97	67
425-212	23,83	4,11	53,95	4,20	31
212-106	57,76	1,20	130,75	1,73	13
180-150	14,49	1,12	32,79	6,90	52

Massa total da amostra: 228,14 kg

Obs: estimativa de massa a ser peneirada sem considerar intercalamento dos intervalos

Obs: tempo estimado considerando alimentação de 100 g, peneiramento de 30 minutos, preparação de 15 minutos

Observa-se que os últimos 5 intervalos (600-300 µm, 425-250 µm, 425-212 µm, 212-106 µm, 180-150 µm) de tamanhos para possíveis propantes possuem quantidade de retida % contida mais expressiva. O teor de Fe nos intervalos nos intervalos 212-106 µm e 180-150 µm é menor que 2%.

### 5.5.3.2 Esfericidade e arredondamento

A análise de forma focando nos aspectos de esfericidade e arredondamento foi realizada com base na contagem de partículas referente à Figura 5.11.

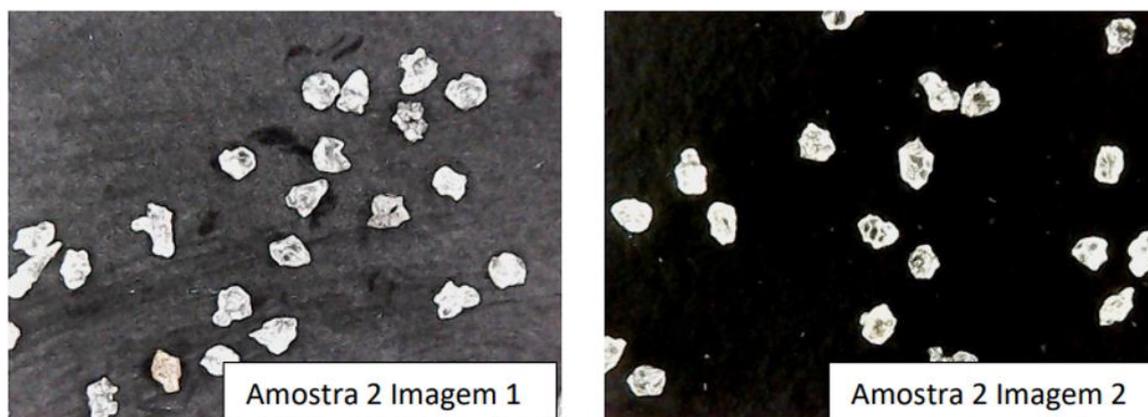


Figura 5.11 - Imagem com partículas analisadas. Areia V1

Os resultados médios de esfericidade/arredondamento são apresentados na **Error! Reference source not found.**

Tabela 5.18 - Resultados médios de esfericidade/circularidade. Areia V1

Amostra 02	
Imagem 01	0,7/0,57
Imagem 02	0,78/0,71
Valor médio:	0,74/0,64

O resultado de valor médio para a esfericidade de 0,74 e atende o requerido pela Norma, de 0,7. Já o valor médio de arredondamento, de 0,64 está abaixo de 0,7.

### 5.5.3.3 Solubilidade em ácido

A solubilidade em ácido do material foi de 0,15 % (< 3 %) conforme laboratório terceirizado para realização dessa análise.

### 5.5.3.4 Densidades

#### 5.5.3.4.1 Densidade bulk

Os valores mínimos e máximos de densidade bulk determinados com uma proveta de 10 ml, são mostrados na Tabela 5.19.

Tabela 5.19 - Valores mínimos e máximos de densidade bulk. Areia V1.

Material	Densidade Bulk - 180 $\mu\text{m}$ + 150 $\mu\text{m}$ - Proveta de 10 ml utilizada	
	Densidade bulk mínima ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Densidade bulk máxima ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
Areia V1	1,371	1,452
	1,299	1,472
	1,327	1,471
	1,272	1,469
	1,271	1,473
Média:	1,308	1,467

Obs: densidade bulk mínima determinada evitando vibração manual das partículas  
 Obs: densidade bulk máxima determinada após vibração manual das partículas

A média mínima e máxima para o material Areia V1 são, respectivamente: 1,308  $\text{g}/\text{cm}^3$  e 1,467  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

#### 4.5.3.5 Resistência ao esmagamento

Previamente à realização do teste de resistência ao esmagamento, análises da distribuição granulométrica do material antes e após esmagamento foram realizadas via granulômetro a laser. Esse equipamento foi utilizado em substituição ao peneirador nessa etapa, devido à problemas de cegamento de peneiras observados para a faixa de -180  $\mu\text{m}$  + 150  $\mu\text{m}$ . O objetivo era quantificar a massa passante em 150  $\mu\text{m}$  antes e após esmagamento, de maneira a conseguir quantificar a massa que efetivamente sofreu esmagamento.

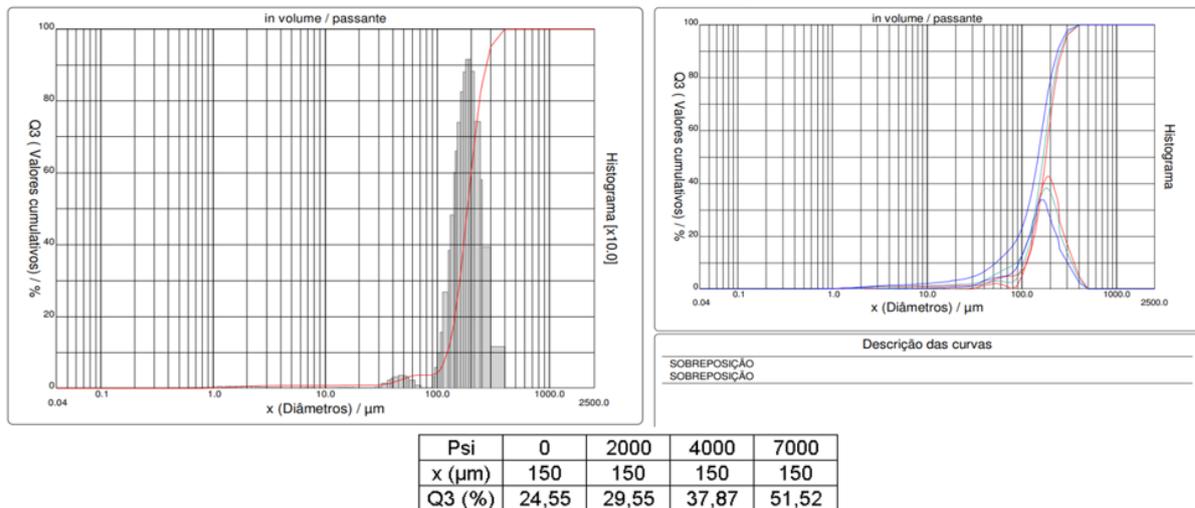


Figura 5.12 - Distribuição acumulada gerada pelo granulômetro a laser. Imagem à esquerda: Areia V1 pré esmagamento. Imagem à direita: material da Areia V1 pós esmagamento em tensões diversas.

A imagem à esquerda da Figura 5.12 se refere à distribuição acumulada do material bitolado em  $- 180 + 150 \mu\text{m}$  antes do esmagamento. Já a imagem à direita se refere às distribuições acumuladas do material após teste de resistência ao esmagamento nas seguintes tensões: 2000 psi, 4000 psi e 7000 psi. O eixo x se refere aos diâmetros das partículas ( $x \mu\text{m}$ ) e o eixo y à passante acumulada (Q3) em um determinado tamanho  $x$ . As distribuições foram geradas pelo equipamento tomando como base que o tamanho das partículas é gerado tomando como referência o volume das mesmas, considerando que são esferas.

Nota-se pelas distribuições acumuladas que a massa passante acumulada em  $150 \mu\text{m}$  é cada vez maior com o aumento da tensão aplicada. Um outro aspecto importante é a descontinuidade no canto das curvas de distribuição acumulada, sugerindo presença de finos entre  $30$  e  $100 \mu\text{m}$ .

A Figura 5.13 e a Tabela 5.20 resumem os resultados. O gráfico gerado de % passante em  $150 \mu\text{m}$  em função da tensão aplicada já desconta a quantidade de partículas  $- 150 \mu\text{m}$  encontradas pelo granulômetro em alíquotas que não passaram pelo teste de resistência ao esmagamento.

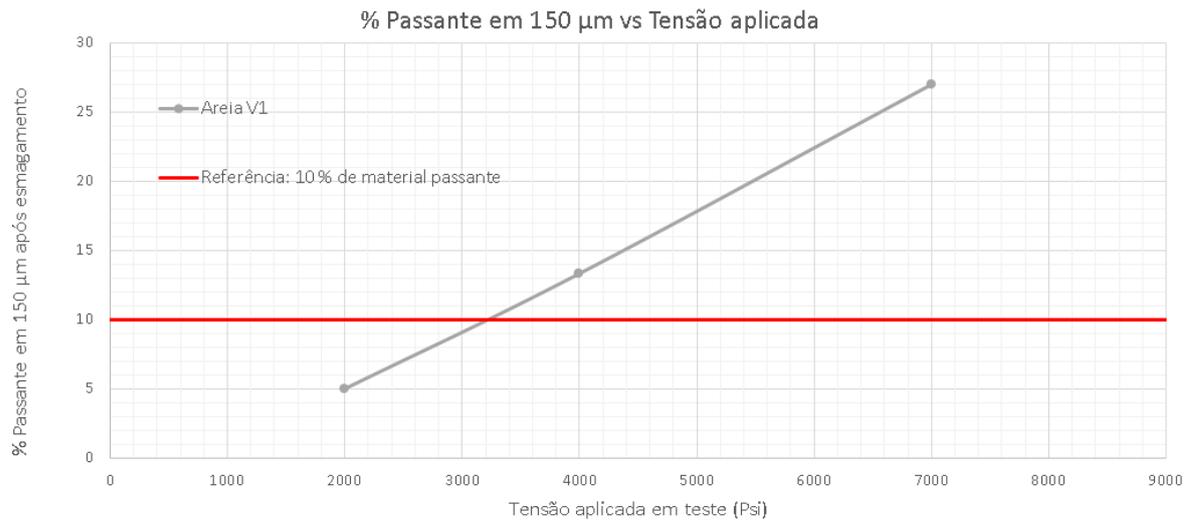


Figura 5.13 - Passante acumulada em 150  $\mu\text{m}$  em função da tensão aplicada. Areia V1

Tabela 5.20 - Passante acumulada (%) em 150  $\mu\text{m}$  em função da tensão aplicada (Psi). Areia V1

Quantificação de massa - 150 $\mu\text{m}$ após esmagamento	
Psi	Viga - Areia 1
2000	5,00
4000	13,32
7000	26,97
Massa - 150 $\mu\text{m}$ pré esmagamento pelo Gran.a laser:	
	24,55

Os resultados sugerem que o material gera 10 % de material passante em 150  $\mu\text{m}$  em uma tensão de aproximadamente 3200 psi.

## 6. METODOLOGIA: ETAPA 2

A metodologia aplicada nas amostras dessa etapa foram realizadas conforme descrito nos pontos 3.7.2 e 3.7.3, e foram aplicadas às amostras preparadas pelo SENAI: Areia B1 e Areia V1. Outros pontos da metodologia não foram aplicados, visto que as amostras chegaram já devidamente preparadas ao laboratório. Todos os testes realizados nas mesmas se referem à granulometria entre 212 – 106  $\mu\text{m}$ .

As seguintes ressalvas devem ser consideradas nessa etapa:

- Em 4.7.3.2: devido à ausência do Rotap nessa etapa, a análise granulométrica para verificação da granulometria do material bitolado foi realizada utilizando-se equipamento disponível no SENAI, com 100 batidas por minuto. A norma define 150 batidas por minuto .
- Em 4.7.3.7: na preparação para os testes de esmagamento, conforme descrito na Norma API 19C, existe um procedimento de peneiramento em Rotap pré esmagamento, de maneira a se retirar o fundo e o topsize previamente aos testes. Esse procedimento não foi realizado na ETAPA 2, visto que na ausência do Rotap, e devido ao tempo maior que seria necessário para substituir o mesmo nesses procedimentos pelo peneirador suspenso, agilizar o processo era fundamental, de maneira a gerar resultados preliminares. O peneirador suspenso precisava de 30 minutos de operação para se equivaler a 10 minutos do rotap, conforme teste cinético realizado. Apenas o fundo de um peneiramento padrão de uma alíquota representativa foi descontado do fundo de cada peneiramento após esmagamento.
- Ainda com relação ao ponto descrito em 4.7.3.7: o pluviador não foi utilizado para colocar as amostras na célula de esmagamento, pois o mesmo só foi adquirido posteriormente.
- Em 4.7.3.4: teste não realizado devido à ausência do turbidímetro.
- Em 4.7.3.6: teste de densidade bulk realizado em proveta, devido à ausência de equipamento; testes de densidade absoluta e aparente não realizados devido à ausência de equipamentos.

## **7. RESULTADOS: ETAPA 2**

Os resultados apresentados nessa seção se referem à segunda remessa de amostras recebidas em laboratório: Areia B1 e Areia V1. Todos os testes realizados nas mesmas se referem à granulometria entre 212 – 106  $\mu\text{m}$ , conforme descrito em Metodologia: Etapa 2. Essas amostras foram preparadas (bitoladas) previamente pelo SENAI, utilizando peneiras quadradas de dimensão 50 x 50 cm, em processo manual e a úmido, de maneira a se eliminar, dentro das limitações desse processo e da eficiência limitada do mesmo, materiais fora do intervalo de 212 – 106  $\mu\text{m}$ .

## 7.1 Areia B1: - 212 + 106 $\mu\text{m}$

### 7.1.1 Análise química

A análise química do material bitolado é apresentada na Tabela 7.1.

Tabela 7.1 – Análise química – Material bitolado B1

Análise	SENAI
	Areia B1 -212 +106 $\mu\text{m}$
Fe (%)	2,56
SiO <sub>2</sub> (%)	84,94
PPC (%)	0,78

### 7.1.2 Análise granulométrica da bitolada

A análise granulométrica do material bitolado é apresentada na Tabela 7.2.

Tabela 7.2 – Análise granulométrica por Rotap

Condições	Aceitável	SENAI
		Areia B1 -212 +106 $\mu\text{m}$
Massa inicial (g)	80 a 120 g	100,00
Perda ou ganho de massa (%)	$\leq 0,5$	0,00
Massa reitada na peneira de topo (%)	$\leq 0,1$	0,00
Massa retida no fundo (%)	$\leq 1$	0,69
Massa dentro do intervalo (%)	$\geq 90$	98,74

A análise granulométrica apresentada tem resultados aceitáveis de acordo com as condições impostas pela Norma.

### 7.1.3 Esfericidade e arredondamento

A Figura 7.1 e a Tabela 7.3 mostram as partículas analisadas e a média geral de esfericidade e circularidade.

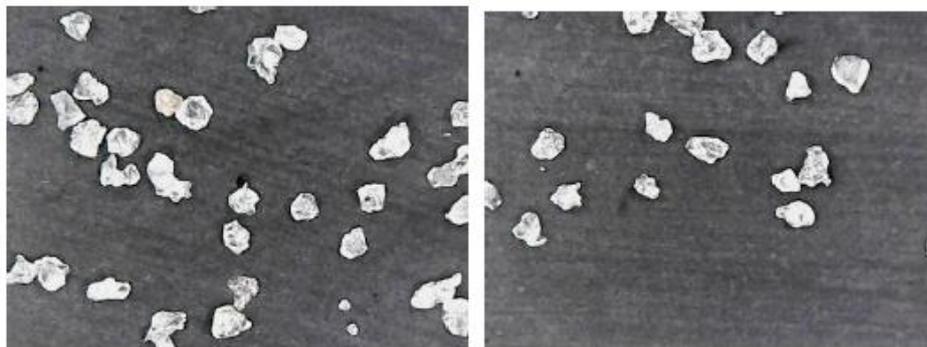


Figura 7.1 – Imagem com partículas analisadas

A média resultante das análises para esfericidade e arredondamento se encontram na Tabela 7.3.

Tabela 7.3 – Valores médios de esfericidade e arredondamento, respectivamente.

<b>Valor médio:</b>	<b>0,62/0,45</b>
---------------------	------------------

Os valores resultantes são  $< 0,7$ , mínimo requerido pela Norma para ambos os casos.

#### 7.1.4 Solubilidade em ácido

A solubilidade em ácido do material foi de 0,3 % ( $< 3$  %) conforme laboratório terceirizado para realização dessa análise.

#### 7.1.5 Densidade bulk

Os valores mínimos e máximos de densidade bulk determinados são mostrados na Tabela 7.4.

Tabela 7.4 – Valores mínimos e máximos de densidade bulk

Material	Densidade Bulk - 212 $\mu\text{m}$ + 106 $\mu\text{m}$ - Proveta de 10 ml utilizada	
	Densidade bulk mínima ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Densidade bulk máxima ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
SENAI - Areia B1	1,490	1,504
	1,400	1,507
	1,463	1,525
	1,438	1,549
	1,459	1,520
Média:	1,450	1,521

Obs: densidade bulk mínima determinada evitando vibração manual das partículas  
 Obs: densidade bulk máxima determinada após vibração manual das partículas

A média mínima e máxima para o material são, respectivamente: 1,450 g/cm<sup>3</sup> e 1,521 g/cm<sup>3</sup>.

### 7.1.6 Resistência ao esmagamento

Os resultados de teste são mostrados na Figura 7.2 e Tabela 7.5.

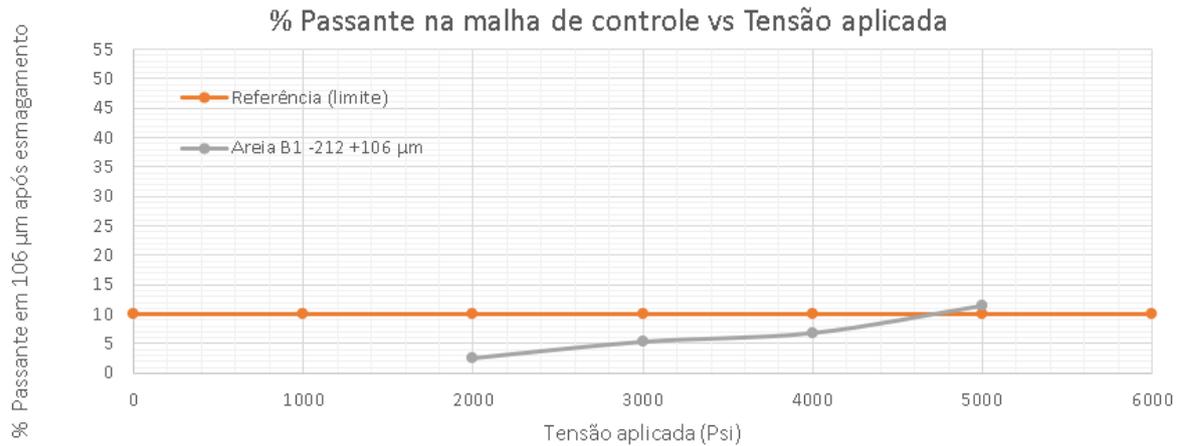


Figura 7.2 – Passante acumulada em função da tensão aplicada. Areia B1

Tabela 7.5 – Passante acumulada em função da tensão aplicada. Areia B1

% Passante em 106 µm após esmagamento	
Tensão (psi)	SENAI
	Areia B1 -212 +106 µm
2000	2,54
3000	5,28
4000	6,75
5000	11,33

Os resultados sugerem que o material gera 10 % de material passante em 106 µm em uma tensão entre 4000 e 5000 psi, sendo então a tensão de 4000 psi considerada como limite.

## 7.2 Areia V1: - 212 + 106 µm

### 7.2.1 Análise química

A análise química do material bitolado é apresentada na Tabela 7.6.

Tabela 7.6 – Análise química do material bitolado V1.

Análise	SENAI
	Areia V1 -212 +106 $\mu\text{m}$
Fe (%)	2,03
SiO <sub>2</sub> (%)	90,14
PPC (%)	0,55

### 7.2.2 Análise granulométrica da bitolada

A análise granulométrica do material bitolado é apresentada na Tabela 7.7.

Tabela 7.7 – Análise granulométrica por Rotap

Condições	Aceitável	SENAI
		Areia V1 -212 +106 $\mu\text{m}$
Massa inicial (g)	80 a 120 g	100,00
Perda ou ganho de massa (%)	$\leq 0,5$	0,07
Massa reitada na peneira de topo (%)	$\leq 0,1$	0,00
Massa retida no fundo (%)	$\leq 1$	0,42
Massa dentro do intervalo (%)	$\geq 90$	99,36

A análise granulométrica apresentada tem resultados aceitáveis de acordo com as condições impostas pela Norma.

### 7.2.3 Esfericidade e arredondamento

A Figura 7.3 e a Tabela 7.8 mostram as partículas analisadas e a média geral de esfericidade e circularidade.

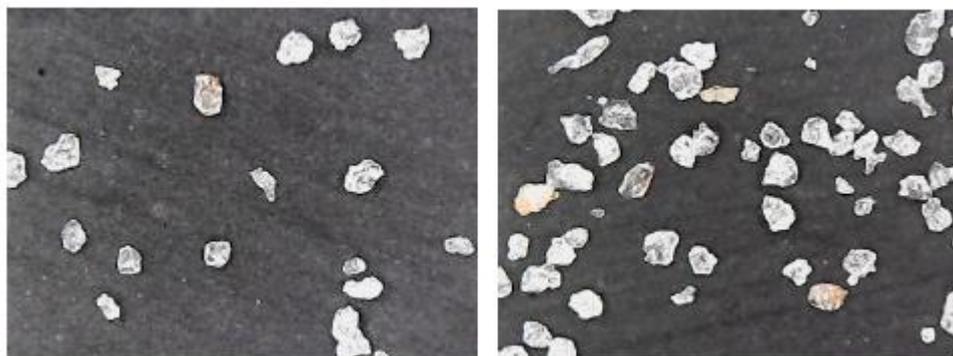


Figura 7.3 - Imagem com partículas analisadas

A média resultante das análises para esfericidade e arredondamento se encontram na Tabela X.

Tabela 7.8 – Valores médios de esfericidade e arredondamento, respectivamente

<b>Valor médio:</b>	<b>0,61/0,49</b>
---------------------	------------------

Os valores resultantes são < 0,7, mínimo requerido pela Norma para ambos os casos.

#### 7.2.4 Solubilidade em ácido

A solubilidade em ácido do material foi de 1,12 % (< 3 %) conforme laboratório terceirizado para realização dessa análise.

#### 7.2.5 Densidade bulk

Os valores mínimos e máximos de densidade bulk determinados são mostrados na Tabela 7.9

Tabela 7.9 – Valores mínimos e máximos de densidade bulk

Material	Densidade Bulk - 212 µm + 106 µm - Proveta de 10 ml utilizada	
	Densidade bulk mínima (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade bulk máxima (g/cm <sup>3</sup> )
	1,458	1,508
SENAI - Areia	1,466	1,513
V1	1,526	1,521
	1,510	1,515
	1,416	1,509
Média:	1,475	1,513

Obs: densidade bulk mínima determinada evitando vibração manual das partículas  
 Obs: densidade bulk máxima determinada após vibração manual das partículas

A média mínima e máxima para o material são, respectivamente: 1,475 g/cm<sup>3</sup> e 1,513 g/cm<sup>3</sup>.

## 7.2.6 Resistência ao esmagamento

Os resultados de teste são mostrados na Figura 7.4 e Tabela 7.10.

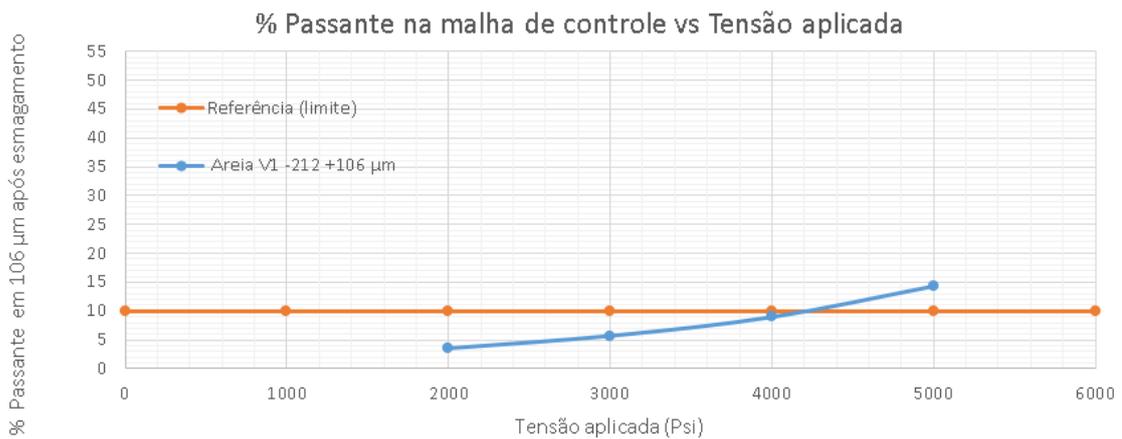


Figura 7.4 – Passante acumulada em função da tensão aplicada. Areia V1.

Tabela 7.10 - Passante acumulada em função da tensão aplicada. Areia V1.

% Passante em 106 µm após esmagamento	
Tensão (psi)	SENAI
	Areia V1 -212 +106 µm
2000	3,50
3000	5,66
4000	8,93
5000	14,31

Os resultados sugerem que o material gera 10 % de material passante em 106 µm em uma tensão de aproximadamente 4000 psi.

## 8. CONCLUSÕES

Conclusões referentes à Resultados: Etapa 1 (- 180 + 150 µm):

- Comparativo entre o Rotap e peneirador suspenso: foi realizado para as areias B1, B1 Não Magnética Rougher e V1 E mostraram que o máximo de erro absoluto obtido entre as % retidas simples fica em torno de, respectivamente: 3, 2 e 5 pontos percentuais. Os

valores podem indicar que os equipamentos se comportam de maneira similar operacionalmente nos tempos testados, para os materiais testados. Sugere-se em próximos trabalhos testes com materiais padronizados e de diferentes composições.

- Esfericidade e arredondamento: as areias B1, B1 Não Magnética Rougher e V1 tem esfericidade/arredondamento de: 0,75/0,62 0,8/0,62 e 0,69/0,64 respectivamente. Embora a norma defina esfericidade e arredondamento mínimos de 0,7, a comercialização de um material com índice menor dependerá do interesse do cliente, e a relevância desses fatores não se torna tão crítica se os testes de permeabilidade (não realizados no presente trabalho e baseados em outra Norma) apresentam resultados satisfatórios.
- A análise de solubilidade em ácido para as areias B1, B1 Não Magnética Rougher e V1 indica valores < 3% em todos os casos. Embora a análise química tenha sido feita para todos os casos, para melhor conferência dos resultados de análise de solubilidade, a mineralogia dos materiais deve ser conhecida, pois tem relação direta com esse índice.
- Resistência ao esmagamento: para os casos da granulometria testada nessa etapa, os procedimentos para quantificar a massa de finos utilizando peneiras padronizadas não é exposto na NORMA API 19C. Não existe na mesma definição de procedimentos para definir granulometria ou quantidade de finos após esmagamento para essa faixa granulométrica. Logo, a utilização do granulômetro foi utilizada para essa quantificação de finos. O equipamento utiliza outras premissas para analisar tamanho de partículas, e os resultados devem ser considerados com cautela. Os valores de tensão máxima para as areias B1, B1 Não Magnética Rougher e V1 são, respectivamente: 3200, 3800, 3200 Psi. Os valores devem ser considerados como 3000 psi, pois a norma define os valores de tensão em intervalos de 1000 psi, e os resultados indicam que em nenhum caso os valores alcançam 4000 psi.

Conclusões referentes à Resultados: Etapa 2 (- 212 + 106  $\mu$ m):

- Análise granulométrica: a análise granulométrica do material bitolado nessa etapa foi feita utilizando o Rotap, porém com 100 batidas por minuto (máximo do equipamento disponível utilizado). A norma estabelece 150 batidas por minuto. Logo, pode haver diferença nos resultados. Nos casos das areias B1 e V1, a análise atende aos requisitos de distribuição granulométrica requerido pela norma, com valores acima de 98% de retida contida nos intervalos de interesse em ambos os casos.

- Esfericidade e arredondamento: as areias B1 e V1 tem esfericidade/arredondamento de: 0,62/0,45 e 0,61/0,49, respectivamente.
- A análise de solubilidade em ácido para as areias B1 e V1 indica valores < 3% em ambos os casos.
- Resistência ao esmagamento: Nesse caso, . Os valores de tensão máxima para as areias B1 e V1 é de 4000 para ambos os casos.

#### Conclusões gerais:

- Densidade bulk e resistência ao esmagamento: a ausência de equipamento adequado para determinação de densidade bulk, resultado que é utilizado para determinar a massa que será utilizada nos testes de resistência ao esmagamento, além da ausência do pluviador, equipamento utilizado para colocar as partículas na célula de esmagamento de maneira a evitar a compactação das mesmas, pode ter impacto nos resultados. Além disso, a metodologia de quantificação dos finos em ambas as etapas não segue a rigor os procedimentos da Norma, devido a dificuldades operacionais ocasionadas pela ausência de alguns equipamentos. Portanto, os resultados de resistência ao esmagamento devem ser considerados com cautela.
- Embora o trabalho tenha sido realizado com diversas ressalvas técnicas, no tempo atual de entrega da presente dissertação, o Laboratório de Tecnologia de Rochas e o Laboratório de Processamento Mineral da UFMG têm todos os equipamentos requeridos pela Norma API 19C e plenas condições de realizar todos os testes de acordo com a mesma.

## 9. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se que os testes sejam repetidos nas amostras de maior potencial, utilizando todos os procedimentos requeridos pela Norma API 19C, para verificação das amostras testadas na aplicação como propantes em fraturamento hidráulico. Além disso, sugere-se que testes de permeabilidade do propante sejam realizados de acordo com Norma apropriada, além de simulações de desempenho do material em modelos de poços já existentes.

## 10.REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Acilweber (2022). Visitado em Junho de 2022. Disponível em: <https://www.acilweber.com.br/pdf/1190.pdf>
2. API RP 19C/ISO 13503-2:2006, **Measurement of Properties of Proppants Used in Hydraulic Fracturing and Gravel-packing Operations**, 1ª Edição.
3. Alotaibi, M. A., & Miskimins, J. L. (2015). **Slickwater proppant transport in complex fractures: new experimental findings & scalable correlation**. Paper presented at the SPE Annual Technical Conference and Exhibition.
4. ASTM D2216-19. **Standard Test Methods for Laboratory Determination of Water (Moisture) Content of Soil and Rock by Mass**.
5. BARBATI, A. C. et al. **Complex Fluids and Hydraulic Fracturing**. Annual Review of Chemical and Biomolecular Engineering, v. 7, n. 1, p. 415–453, 7 jun. 2016.
6. BARATI, R.; LIANG, J.-T. **A review of fracturing fluid systems used for hydraulic fracturing of oil and gas wells**. Journal of Applied Polymer Science, v. 131, n. 16, 7 abr. 2014.
7. BRAGA, P.F.A . **Areia de fraturamento: mercado, características e perspectivas**. XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Poços de Caldas-MG, 18 a 22 de Outubro, 2015.
8. CACHAY, L. **Fluxo de partículas de sustentação em poços de petróleo estimulados por fraturamento hidráulico**. Pontífica Universidade Católica do Rio de Janeiro (Dissertação), 2004.
9. CRAMER, David Daniel. **Stimulating unconventional reservoirs: lessons learned, successful practices, areas for improvement**. In: SPE Unconventional Reservoirs Conference. OnePetro, 2008.

10. Dey, S. (1999). **Sediment threshold**. *Applied Mathematical Modelling*, 23(5), 399-417. Gallagher, D. G. (2011). The hierarchy of oily conductivity. *Journal of Petroleum Technology*, 63(04), 18-19.
11. Duenckel, R. J., Barree, R. D., Drylie, S., O'Connell, L. G., Abney, K. L., Conway, M. W., Moore, N., and F. Chen. "**Proppants- What 30 Years of Study has Taught Us**". Paper presented at the SPE Annual Technical Conference and Exhibition, San Antonio, Texas, USA, October 2017. doi: <https://doi.org/10.2118/187451-MS>.
12. Feng Liang, Mohammed Sayed, Ghaithan A. Al-Muntasheri, Frank F. Chang, Leiming Li, **A comprehensive review on proppant technologies**, *Petroleum*, Volume 2, Issue 1, 2016, Pages 26-39, ISSN 2405-6561, <https://doi.org/10.1016/j.petlm.2015.11.001>.
13. GANDOSSO, Luca. **State of the art report on waterless stimulation techniques for shale formations**. The Netherlands: Publications Office of the European Union, 2016.
14. GANDOSSO, Luca; VON ESTORFF, Ulrik. **An overview of hydraulic fracturing and other formation stimulation technologies for shale gas production**. Eur. Commisison Jt. Res. Cent. Tech. Reports, v. 26347, 2013.
15. GAUDIN, A.M. **Principles of Mineral Dressing**. McGraw-Hill Inc., US, 1939.
16. G. McDaniel, J. Abbott, F. Mueller, A. Mokhtar, S. Pavlova, O. Neuvonen, T. Parias, J.A. Alary, **Changing the Shape of Fracturing: New Proppant Improves Fracture Conductivity**, 2010. SPE 135360.
17. Hoss Belyadi, Ebrahim Fathi, Fatemeh Belyadi, **Chapter Six - Proppant Characteristics and Application Design**, Editor(s): Hoss Belyadi, Ebrahim Fathi, Fatemeh Belyadi, *Hydraulic Fracturing in Unconventional Reservoirs*, Gulf Professional Publishing, 2017, Pages 73-96, ISBN 9780128498712, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-849871-2.00006-X>.

18. H.D. Brannon, A.R. Rickards, C.J. Stephenson, R.L. Maharidge, **Method of Stimulating Oil and Gas Wells Using Deformable Proppants**, US Patent No. 7,322,411 B2 (2008).
19. J.A. Alary, T. Parias, **Method of Manufacturing and Using Rod-Shaped Proppants and Anti-Flowback Additives**, US Patent No. 8,562,900 B2 (2013).
20. J. Dufek, G.W. Bergantz, **Suspended load and bed-load transport of particle-laden gravity currents: the role of particle-bed interaction**, *Theor. Comput. Fluid Dyn.* 21 (2) (2007) 119e145.
21. J. Edelman, K. Maghrabia, M. Semary, A. Mathur, A.S. Zaki, J.M. Bernechea, **Rod-shaped Proppant Provides Superior Proppant Flowback Control in the Egyptian Eastern Desert**, 2013. SPE 164014.
22. Jun Li, Shibo Kuang, Zheng Qi, Pingli Liu, Aibing Yu, **Experimental investigation of the leak-off effect on proppant transportation and distribution in a vertical fracture**, *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, Volume 97, 2022, 104358, ISSN 1875-5100, <https://doi.org/10.1016/j.jngse.2021.104358>.
23. KALAYDJIAN, F. e B. GOFFÉ (2012). **Programme de recherche sur l'exploitation des hydrocarbures de roches mères – Rapport ANCRE**.
24. KIM, JUNG YONG. **EXPERIMENTAL STUDY OF DEGRADABLE FIBERS AS A PROPPANT TRANSPORT AGENT**. 2021. Dissertação (Doutorado) - Professional Studies of Texas A&M University, [S. l.], 2021.
25. Kern, L., Perkins, T., & Wyant, R. (1959). **The mechanics of sand movement in fracturing**. *Journal of Petroleum Technology*, 11(07), 55-57.
26. Kong, B., Fathi, E., Ameri, S., 2015. **Coupled 3-D numerical simulation of proppant distribution and hydraulic fracturing performance optimization in Marcellus shale reservoirs**, *Int. J. Coal Geol.*, 147-148, pp. 35-45 (2015).

27. Ma C, Huang L, et al. **Gas fracturing technique for shale and its effect evaluation.** Tuha Oil Gas. 2011;16(3):243-246.
28. MANOUCHEHRI, H.R; RAO, K.H; FORSSBERG, K.S.E. **Triboelectric Charge, Electrophysical Properties and Electrical Beneficiation Potential of Chemically Treated Feldspar, Quartz and Wollastonite.** Magnetic and Electrical Separation, Vol. 11, No. 1-2, pp. 9-32, 2011.
29. Maule AL, Makey CM, Benson EB, Burrows IJ, Scammell MK. **Disclosure of hydraulic fracturing fluid chemical additives: analysis of regulations.** New Solut 2013; 23:167–187.
30. Medicaexpo (2022). Visitado em Junho de 2022. Disponível em: <https://www.medicaexpo.com/pt/prod/haver-boecker-ohg/product-112659-822576.html>.
31. Ntaja, M.A, **A Mathematical Model for Predicting Classification Performance inWet Fine Screens**, University of Cape Town, Cape Town, South Africa, 2015.
32. OLIVEIRA, G. G. **NOVAS TECNOLOGIAS PARA RESERVATÓRIOS NÃO CONVENCIONAIS DE HIDROCARBONETO.** p. 111, 2017.
33. Recursos Não-Convencionais: **O que são e qual a importância para a Indústria de Óleo e Gás.** TECNOPEG, 2012. Disponível em: <http://tecnoprog.blogspot.com/2012/02/recursos-nao-convencionais-o-que-sao-e.html>. Acessado em 07 de maio de 2022.
34. SAMPAIO, J. A.; SILVA, F. A. N. G. **Determinação das densidades de sólidos e de polpa.** IN: Tratamento de Minérios: práticas laboratoriais. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2007. p. 37-51.

35. S. Kokal, A. Al-Kaabi, **Enhanced Oil Recovery: Challenges and Opportunities**, EXPEC Advanced Research Centre, Saudi Aramco, 2010.
36. THOMAS, José Eduardo. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. 1º edição. Rio de Janeiro, 2001.
37. Tissot BP, Welte DH. 1984. **Petroleum Formation and Occurrence**. Berlin: Springer-Verlag
38. T. Palisch, B. Wilson, B. Duenckel, **New Technology Yields Ultra Highstrength Proppant**, 2014. SPE 168631.
39. W.C. Krumbein, L.L. Sloss, **Stratigraphy and Sedimentation**, second ed., W.H. Freeman and Company, San Francisco, 1963, p. 660.
40. WILLS, B.A; FINCH, J.A. **Wills' Mineral Processing Technology: An Introduction to the Practical Aspects of Ore Treatment and Mineral Recovery**. Butterworth-Heinemann; 8ª th edicion, 2016.
41. Wong, P.M., Taggart, I.J., Gedeon, T.D., 1995. **Use of neural network methods to predict porosity and permeability of a petroleum reservoir**. AI Appl. 9 (2), 27–37.
42. Y. Liu, E. Fonseca, C. Hackbarth, R. Hulseman, K.N. Tackett II, **A New Generation High-drag Proppant: Prototype Development, Laboratory Testing, and Hydraulic Fracturing Modeling**, 2015. SPE 173338.
43. ZANGENEH N, EBERHARDT E, BUSTIN R M. **Investigation of the influence of natural fractures and in situ stress on hydraulic fracture propagation using a distinct-element approach**. Canadian Geotechnical Journal, 2015, 52(7): 926–946.

## 11. APÊNDICES

## Apêndice 1: Areia B1 - Tabela completa de distribuição granulométrica

Tabela 10.1 - Análise química completa – Areia B1

Areia B1 - Análise granulométrica															
Abertura (µm)	Retida simples (%)	Passante acumulada (%)	PPC (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	CaO (%)	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	K <sub>2</sub> O (%)	MgO (%)	MnO (%)	Na <sub>2</sub> O (%)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	TiO <sub>2</sub> (%)	Fe Tot (%)
2360	0,00	100,00	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1700	0,08	99,92	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1180	0,60	99,32	4,76	0,99	0,03	0,01	62,24	< 0,01	< 0,1	0,22	< 0,1	0,23	31,47	0,04	43,54
1000	0,21	99,11	4,16	1,01	0,02	< 0,01	58,75	< 0,01	< 0,1	0,10	< 0,1	0,20	35,66	0,09	41,09
850	0,86	98,24	4,29	0,84	0,02	0,01	55,37	< 0,01	< 0,1	0,33	< 0,1	0,22	38,86	0,06	38,73
600	1,34	96,90	3,60	0,81	0,01	< 0,01	52,50	< 0,01	< 0,1	0,28	< 0,1	0,18	42,59	0,04	36,72
425	1,87	95,04	2,77	0,61	0,03	< 0,01	41,11	< 0,01	< 0,1	0,27	< 0,1	0,14	55,04	0,05	29,75
300	2,50	92,54	1,77	0,39	0,02	< 0,01	27,41	< 0,01	< 0,1	0,16	< 0,1	0,07	70,16	0,02	19,17
250	3,34	89,20	0,85	0,26	0,02	< 0,01	15,42	< 0,01	< 0,1	0,05	< 0,1	0,03	83,35	0,02	10,78
212	5,39	83,82	0,44	0,17	0,02	< 0,01	9,88	< 0,01	< 0,1	0,01	< 0,1	< 0,01	89,46	0,02	6,91
180	5,27	78,54	0,38	0,11	0,02	< 0,01	7,14	< 0,01	< 0,1	0,01	< 0,1	< 0,01	92,33	0,01	5,00
150	8,36	70,19	0,22	< 0,1	0,02	< 0,01	5,40	< 0,01	< 0,1	0,01	< 0,1	< 0,01	94,36	< 0,01	3,78
106	25,27	44,91	0,13	0,17	0,03	< 0,01	4,68	< 0,01	< 0,1	< 0,01	< 0,1	< 0,01	94,98	0,01	3,27
75	14,80	30,11	0,15	0,11	0,01	< 0,01	6,97	< 0,01	< 0,1	< 0,01	< 0,1	< 0,01	92,75	0,01	4,87
38	8,85	8,84	0,30	0,27	0,01	< 0,01	22,16	< 0,01	< 0,1	0,02	< 0,1	< 0,01	77,21	0,04	15,50
0	8,84	0,00	1,39	1,36	0,07	< 0,01	58,87	0,02	< 0,1	0,14	< 0,1	0,05	37,96	0,15	41,18
	100,00	Teor global recalculado	0,54	0,30	0,02	0,00	15,92	0,00	0,00	0,04	0,00	0,02	83,06	0,03	11,14
		Teor global analisado	0,55	0,27	0,02	< 0,01	16,80	< 0,01	< 0,1	0,04	< 0,1	0,01	82,29	0,03	11,75
		Teor global analisado	0,63	0,24	0,01	< 0,01	16,37	< 0,01	< 0,1	0,05	< 0,1	0,01	82,67	0,03	11,45

Obs: as massas retidas na série de peneiras obedecem a equação de Gaudin

## Apêndice 2: Areia B1 Não Magnética Rougher - Tabela completa de distribuição granulométrica

Tabela 10.2 – Análise química completa – Areia B1 Não Magnética Rougher

Areia B1 Não Magnética - Rougher - Análise granulométrica															
Abertura (µm)	Retida simples (%)	Passante acumulada (%)	PPC (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	CaO (%)	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	K <sub>2</sub> O (%)	MgO (%)	MnO (%)	Na <sub>2</sub> O (%)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	TiO <sub>2</sub> (%)	Fe Tot (%)
600	0,00	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
425	0,18	99,82	0,64	0,85	< 0,01	0,13	5,05	< 0,01	< 0,1	0,15	< 0,1	< 0,01	93,19	< 0,01	3,53
300	0,91	98,90	0,32	0,15	0,01	< 0,01	2,78	< 0,01	< 0,1	0,04	< 0,1	< 0,01	96,70	< 0,01	1,94
250	1,63	97,27	0,31	< 0,1	0,01	0,02	1,49	< 0,01	< 0,1	0,02	< 0,1	< 0,01	98,15	0,01	1,04
212	4,35	92,92	0,23	< 0,1	< 0,01	< 0,01	1,06	< 0,01	< 0,1	< 0,01	< 0,1	< 0,01	98,71	< 0,01	0,74
180	6,04	86,88	0,06	< 0,1	0,03	< 0,01	1,01	< 0,01	< 0,1	0,01	< 0,1	< 0,01	98,90	< 0,01	0,71
150	8,26	78,62	0,10	< 0,1	0,02	< 0,01	0,89	< 0,01	< 0,1	< 0,01	< 0,1	< 0,01	98,99	< 0,01	0,62
106	33,69	44,93	0,08	< 0,1	0,02	< 0,01	1,19	< 0,01	< 0,1	< 0,01	< 0,1	< 0,01	98,71	< 0,01	0,84
75	18,28	26,65	0,08	< 0,1	0,01	0,01	1,76	< 0,01	< 0,1	0,02	< 0,1	< 0,01	98,13	< 0,01	1,23
53	14,64	12,01	0,10	< 0,1	0,02	0,01	3,04	< 0,01	< 0,1	0,02	< 0,1	< 0,01	96,82	< 0,01	2,13
38	7,70	4,31	0,19	0,21	0,02	< 0,01	6,90	< 0,01	< 0,1	0,02	< 0,1	0,01	92,64	0,02	4,82
0	4,31	0,00	2,72	0,87	0,50	< 0,01	33,35	0,04	< 0,1	0,07	< 0,1	0,02	62,35	0,08	23,33
	100,00	Teor global recalculado	0,22	0,06	0,04	0,00	3,38	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	96,29	0,01	2,36
		Teor global analisado	0,12	< 0,1	0,01	< 0,01	3,90	< 0,01	< 0,1	0,03	< 0,1	< 0,01	95,93	0,01	2,73

Obs: as massas retidas na série de peneiras obedecem a equação de Gaudin

## Apêndice 3: Areia V1 - Tabela completa de distribuição granulométrica

Tabela 10.3 - Análise química completa – Areia V1

Areia V1 - Análise granulométrica															
Abertura (µm)	Retida simples (%)	Passante acumulada (%)	PPC (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	CaO (%)	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	K <sub>2</sub> O (%)	MgO (%)	MnO (%)	Na <sub>2</sub> O (%)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	TiO <sub>2</sub> (%)	Fe Tot (%)
1700	0,00	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1180	0,32	99,68	6,47	0,88	0,03	< 0,01	51,02	0,03	< 0,1	1,92	< 0,1	0,39	39,25	0,02	35,69
1000	0,17	99,51	0,00	1,02	0,04	< 0,01	58,64	0,03	< 0,1	1,56	< 0,1	0,41	38,27	0,03	41,01
850	0,84	98,67	6,13	0,95	0,04	< 0,01	50,00	< 0,01	< 0,1	2,28	< 0,1	0,37	40,20	0,04	34,97
600	1,41	97,26	5,91	0,96	0,05	< 0,01	47,71	0,01	< 0,1	2,36	< 0,1	0,37	42,61	0,03	33,37
425	2,28	94,98	4,33	0,69	0,03	< 0,01	35,67	< 0,01	< 0,1	1,86	< 0,1	0,25	57,15	0,02	24,95
300	6,48	88,50	1,43	0,25	0,03	< 0,01	13,11	< 0,01	< 0,1	0,52	< 0,1	0,08	84,57	0,01	9,17
250	4,68	83,82	0,42	< 0,1	0,04	< 0,01	4,31	< 0,01	< 0,1	0,13	< 0,1	0,02	95,07	< 0,01	3,02
212	12,68	71,14	0,31	< 0,1	0,01	< 0,01	2,76	< 0,01	< 0,1	0,11	< 0,1	0,01	96,80	< 0,01	1,93
180	12,91	58,23	0,15	< 0,1	0,04	< 0,01	1,93	< 0,01	< 0,1	0,06	< 0,1	0,01	97,81	< 0,01	1,35
150	14,49	43,74	0,20	< 0,1	0,02	< 0,01	1,60	< 0,01	< 0,1	0,04	< 0,1	< 0,01	98,14	< 0,01	1,12
106	30,36	13,38	0,14	< 0,1	< 0,01	< 0,01	1,68	< 0,01	< 0,1	0,04	< 0,1	< 0,01	98,14	< 0,01	1,18
75	8,65	4,73	0,19	< 0,1	0,01	< 0,01	2,92	< 0,01	< 0,1	0,05	< 0,1	< 0,01	96,83	< 0,01	2,04
53	2,87	1,86	0,31	< 0,1	0,02	< 0,01	5,92	< 0,01	< 0,1	0,09	< 0,1	0,01	93,65	0,01	4,14
38	0,36	1,50	5,51	< 0,1	0,15	< 0,01	17,75	< 0,01	< 0,1	0,19	< 0,1	< 0,01	76,36	0,06	12,41
0	1,50	0,00	1,05	0,41	0,05	< 0,01	44,38	< 0,01	< 0,1	0,42	< 0,1	0,06	53,58	0,06	31,04
	100,00	Teor global recalculado	0,56	0,06	0,02	0,00	5,72	0,00	0,00	0,20	0,00	0,03	93,42	0,00	3,997522
		Teor global analisado	0,72	< 0,1	0,01	< 0,01	5,72	< 0,01	< 0,1	0,23	< 0,1	0,03	93,29	< 0,01	4,004216

Obs: as massas retidas na série de peneiras obedecem a equação de Gaudin