

3

PROCEDIMENTOS DE CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DOS MATERIAIS DESENVOLVIDOS NESTE ESTUDO

Neste capítulo são apresentados os materiais avaliados neste trabalho para utilização como agentes de sustentação ou propantes, em operações de fraturamento hidráulico em rochas portadoras de petróleo. Feita a apresentação dos materiais, são abordados os procedimentos gerais (metodologia) utilizados para a maioria dos ensaios na determinação das propriedades dos materiais ensaiados, citando a razão de terem sido adotados. Vale lembrar que os procedimentos dos ensaios de distribuição granulométrica, de esfericidade e arredondamento já foram exaustivamente abordados no Capítulo 2, nas seções 2.6 e 2.8. Os demais serão mais bem detalhados ao longo deste capítulo. Os procedimentos específicos a cada ensaio utilizado para determinado tipo de material serão abordados no capítulo seguinte que tratará dos Resultados de Avaliação dos Materiais Estudados.

3.1

MATERIAIS ESTUDADOS NESTE TRABALHO

Neste trabalho de pesquisa procuramos sugerir alguns materiais como novos propantes. Para que um material seja classificado como propante ele deve se enquadrar dentro de determinadas normas que lhe são aplicáveis, que visam certificar os materiais dentro de métodos e critérios padrões de confiabilidade, exigidas pelas companhias de petróleo situadas no Brasil e demais empresas do setor de petróleo em todo o mundo, tais como as normas API (determinadas pelo American Petroleum Institute), ISO (International Organization for Standardization) e ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas). Baseados nisto, esses novos materiais foram submetidos a diferentes tipos de testes, entre eles, o de densidade (bulk e aparente) distribuição granulométrica, o de esfericidade e arredondamento, o de solubilidade em ácido, o de resistência mecânica e o de condutividade, conforme o tipo de material a ser analisado e sequenciado de acordo com sua aprovação ou não no teste, seguindo

preferencialmente as normas API RP 56, API RP 60 e API RP 61. Os materiais escolhidos segundo critérios de custo e potencialidade e testados neste trabalho foram: piso cerâmico moído, porcelanato esferoidizado, miçanga maciça, miçanga vazada e microesferas de vidro.

3.2 Cálculo da Densidade Bulk

Segundo a API RP 56 (a que recomenda as práticas para teste de propantes usados em operações de fraturamento hidráulico), a densidade bulk e a densidade absoluta são importantes propriedades dos propantes. A densidade bulk descreve o peso do propante que preencherá uma unidade de volume, no caso específico do petróleo, é o peso do propante que tem de ser utilizado para preenchimento da fratura. O volume medido na densidade bulk é a soma do volume das partículas e do volume vazio entre as partículas. Quanto maior a densidade bulk, mais próxima ela será da densidade aparente. Ou seja, menor o volume de poros. Isso significa que as partículas conseguem bom empacotamento. Por outro lado, densidade bulk menor significa maior volume de vazio entre as partículas. O bom propante deve ter espaço vazio entre partículas o suficiente para deixar o fluido passar. Assim, sua densidade bulk não deve ser assim tão próxima da densidade aparente. A densidade bulk não informa sobre o tamanho dos espaços vazios, mas somente sobre o volume total desse vazio.

3.2.1 Procedimentos e Equipamentos Usados para Medir a Densidade Bulk

- Balança analítica, de 0,01 gramas de precisão;
- 1 balão volumétrico de graduação 100 ml ($100 \text{ ml} \approx 100 \text{ cm}^3$ a $75 \text{ }^\circ\text{F}$ ou $24 \text{ }^\circ\text{C}$);
- Amostra do propante, devidamente seca;
- Funil de boca larga, para se ajustar dentro do balão volumétrico.

3.2.2 Procedimento Experimental

Inicialmente pega-se um balão volumétrico de 100 ml devidamente limpo e seco e então pesado na balança analítica de 0,01 g de precisão. Utilizando um funil que é colocado na boca do frasco pode-se enchê-lo de propante até a marca 100 ml, deixando-o cair livremente no balão. Após este procedimento, o balão, agora com o propante, é então pesado novamente na mesma balança utilizada. Com estes dados, calcula-se a densidade bulk utilizando-se a equação 3.1:

$$\rho_b = \frac{m_{f+p} - m_f}{100} \quad (3.1)$$

3.3 Cálculo da Densidade Aparente

Densidade aparente e densidade absoluta são normalmente a mesma. A densidade aparente inclui a porosidade interna de uma partícula como parte do volume da partícula. É medida com um fluido de baixa viscosidade que molha a superfície da partícula. A densidade aparente é a densidade da amostra quando “pesada” no ar sem referenciar as flutuações do mesmo. Ela se refere a real densidade do material. É a medida que mais se aproxima da densidade teórica do material, mas contém algumas falhas experimentais que introduzem erros, mas que para nós isso não vem ao caso. Essa densidade é importante para o propante porque ela nos diz se ele afunda ou não no poço. Comparamos essa densidade com aquela do óleo no poço. Se a densidade do óleo é maior de que a densidade aparente, então o propante tende a boiar no fluido, como um pedaço de isopor na água. Se a densidade aparente é maior de que a densidade do óleo, então o propante tende ir para o fundo da trinca aberta no poço. Esse é o motivo de se evitar propantes muito densos. Quando dizemos muito densos, na verdade queremos dizer muito mais densos do que o fluido do poço. Quanto a densidade absoluta, esta exclui a porosidade interna interconectada como parte do volume da partícula.

O ensaio utilizado para medir a densidade aparente é realizado em querosene ou água.

3.3.1 Procedimentos e Equipamentos Usados para Medir a Densidade Aparente

- Balança analítica de precisão 0,01 g;
- 1 prato de pesagem;
- Balão volumétrico de 25 ml ou picnômetro (25 ml \approx 25 cm³ a 75 °F ou 24 °C);
- Líquido para teste, querosene ou equivalente; água com surfactante (0,1% de óxido etilênico (9-10 mol) aduzido do nonylfenol);
- Amostra de propante;
- Funil de boca larga para ser usado dentro do balão volumétrico.

3.3.2 Procedimento Experimental

Inicia-se o experimento pesando-se um balão volumétrico, devidamente limpo e seco, na balança de precisão 0,01g. Cuidadosamente enche-se o balão volumétrico com o fluido de teste, a temperatura ambiente, até a marca existente na vidraria e então pesa-se novamente. Nesta etapa deve-se ter atenção para que nenhuma bolha de ar seja apanhada no líquido e que nenhum líquido tenha escorrido fora do balão.

Agora deve-se tarar o prato na balança e em seguida acrescentar aproximadamente 10 g da amostra de propante.

Na seqüência derrama-se metade do volume de líquido contido no balão volumétrico e transfere-se a amostra de propante pesada para o balão, com a ajuda de um funil. Cuidadosamente acrescenta-se líquido de teste, a temperatura ambiente, suficiente para encher o balão volumétrico até a linha de marcação. Então gira-se o frasco sobre seu eixo vertical para facilitar a saída das bolhas de ar. Às vezes torna-se necessário completar novamente o nível do líquido de teste. Pesa-se novamente o balão volumétrico e calcula-se a densidade do líquido e a densidade aparente do propante como se segue:

Cálculo da densidade do líquido:

$$D_l = \frac{m_{b+l} - m_b}{25}, \text{ onde:} \quad (3.2)$$

m_{b+l} → peso do balão volumétrico + líquido de teste;

m_b → peso do balão volumétrico vazio;

D_l → densidade do líquido de teste, em g/cm^3 ;

25 → volume do picnômetro, em cm^3 .

Cálculo da densidade aparente do propante:

$$D_p = \frac{m_p}{25 - \frac{(m_{b+l+p} - m_b - m_p)}{D_l}}, \text{ onde:} \quad (3.3)$$

D_p → densidade aparente do propante, em g/cm^3 ;

m_p → massa do propante, em g;

m_{b+l+p} → massa do balão mais o líquido de teste mais o propante, em g;

m_b → massa do balão vazio, em g;

D_l → densidade do líquido de teste, em g/cm^3

25 → volume do picnômetro, em cm^3 .

3.4

Cálculo da Solubilidade do Material em Ácido

O teste da solubilidade do material em ácido tem por finalidade medir a reatividade do agente de sustentação (propante) em meio ácido, visto que este material poderá vir a entrar em contato com ácidos no interior da fratura quando ocorrer operações de limpeza do poço ou quando houver a necessidade do poço sofrer operações como acidificação de matriz ou fraturamento ácido. Com isto, se o material tiver alta propensão a reagir com estes ácidos, a manutenção da abertura dos canais de condutividade feita por estes agentes estará certamente comprometida.

Esta solubilidade é testada em ácido hidroclorídrico-hidrofluorídrico 12-3 (HCl-HF) (isto é, 12 % por peso de HCl e 3 % por peso de HF) usado

frequentemente nos procedimentos citados no parágrafo anterior e, quando testado em areia (outro propante comumente usado), torna-se uma indicação da quantidade de contaminantes indesejáveis (por exemplo, carbonatos, feldspatos, óxidos de ferro, argilas) presentes na areia.

3.4.1

Procedimentos e Equipamentos para Teste de Solubilidade em Ácido

Os seguintes equipamentos e materiais são necessários para realizar os testes de solubilidade nas amostras:

- a. Ácido hidrocloreto (HCl), concentrado. Grau de reagente de concentração conhecida.
- b. Bifluoreto de amônio (NH_4HF_2) de pelo menos 98 por cento de pureza é exigido. Uma solução de ácido hidrofluorídrico (HF) pode ser utilizada, mas é um pouco mais perigoso. Por questões de disponibilidade optou-se pelo ácido hidrofluorídrico (HF).
- c. Balança, precisão de 1 mg.
- d. Banho de água, 65°C (150°F).
- e. Forno a 105°C (221°F).
- f. Copo ou jarra com capacidade de 150 a 200 mililitros, de polietileno ou polipropileno.
- g. Proveta ou frasco volumétrico, com capacidade de 1000 mililitros, de polietileno ou polipropileno.
- h. Aparato de filtragem analítica também são necessários tais como os mencionados abaixo. (Técnicas de filtragem a vácuo podem ser utilizadas):

1. Cadinho de Gooch nº 27004 com 1/16 polegadas de espessura, papel de filtro Whatman nº 40 ou 42 resistente a ácido (2,1 cm de diâmetro).
2. Filtro de funil Gelman nº 4204 usando suporte de filtro de polissulfona nº 79932 e almofada nº 61756 com camada de 1/16 polegadas de espessura de círculos de papel de filtro Whatman resistente a ácido (1,91 centímetro de diâmetro).

3. Cadinho filtrante Cole-Parmer nº 6607 (da Bel Art) com camada de 1/16 polegadas de espessura de círculos de papel de filtro Whatman resistente a ácido (1,91 centímetros de diâmetro).

3.4.2

Procedimento de Teste de Solubilidade em Ácido

O seguinte procedimento é utilizado para avaliar a solubilidade de uma amostra representativa dos propantes testados nos ácidos HCl e HF, de acordo com a Norma API 56:

Nota: Este procedimento é gravimétrico por natureza e, como tal, exige procedimentos rigorosos e boas técnicas de laboratório para fornecer reprodutibilidade. Para que isto fosse possível, tais ensaios foram realizados nos laboratórios do CENPES (Centro de Pesquisas da Petrobras), que se apresentam devidamente certificados e credenciados dentro dos mais altos níveis de controle de qualidade. As amostras representativas dos propantes foram tomadas do divisor de amostras antes da análise de peneira. As amostras não devem ser submetidas ao teste de resistência à compressão ou de condutividade antes da análise de solubilidade em ácido, mas sim a análise deve ser realizada no grão de propante integral inalterado.

a) Uma solução de ácido 12-3 HCL-HF [gravidade específica = 1.08 a 15,6°C (60°F)] deve ser preparada. Dois exemplos para a preparação de 1000 mililitros de 12-3 HCl-HF podem ser utilizados. Em um utiliza-se o Bifluoreto de Amônio (NH_4HF_2) e em outro utiliza-se o próprio Ácido Hidrofluorídrico. Nos testes realizados neste trabalho opta-se sempre pela segunda opção, porém descreve-se os dois métodos que podem ser utilizados:

i) Usando Bifluoreto de amônio (NH_4HF_2).

1. Para cada 500 mililitros de água destilada contida em um cilindro ou frasco volumétrico graduado de 1000 ml de polietileno ou polipropileno são adicionados

46,23 gramas de NH_4HF_2 puro e então dissolvidos. O peso real do NH_4HF_2 com menos de 100 % de pureza a ser adicionado é igual a 46,23 gramas dividido pela pureza do NH_4HF_2 , em fração de peso.

2. São adicionados 361 ml de ácido hidroclorídrico (HCl) a 37% [densidade específica = 1,19 a 15,6°C (60°F)].
3. A mistura é diluída para 1000 mililitros com água destilada.
4. Agita-se bem para assegurar uma mistura completa.

ii) Usando ácido hidrófluorídrico (HF) a 52 %.

1. Para cada 500 mililitros de água destilada contida em um cilindro ou frasco volumétrico graduado de 1000 ml de polietileno ou polipropileno são adicionados 54 ml de HF a 52% [gravidade específica = 1,18 a 20°C (60°F)].
2. Em seguida são adicionados 293 mililitros de HCl a 37% [gravidade específica = 1,19 a 15,6°C (60°F)].
3. A mistura é diluída para 1000 mililitros com água destilada.
4. Mexe-se bem para assegurar uma mistura completa.

b) Após a preparação do reagente são pesados 5 gramas do propante até o miligramas mais próximo em uma panela de amostra tarada. A amostra deve ser seca a 105°C (221°F) a um peso constante, e resfriada em um dessecador.

c) Para um copo de 150 mililitros de polietileno (material apropriado, inerte a este tipo de ácido) contendo 100 ml da solução de ácido do item **a**, é adicionada a amostra de propante. O ácido e a amostra devem estar em temperatura ambiente (22°C ± 3°C ou 72°F ± 5°F).

d) O copo então é colocado em um banho de água a 65,6°C (150°F) por no mínimo 30 minutos e no máximo 35 minutos, sem ser agitado. Há de se ter cuidado para não permitir a contaminação da amostra.

e) O aparato de filtração foi preparado acrescentando papel com 1/16 polegadas de espessura de filtro Whatman nº 42 ao cadinho ou filtro de funil. O funil foi secado em um forno a 105°C (221°F) durante pelo menos 1 hora e após este

procedimento foi pesado e registrado o seu peso. Deve-se evitar pesar o filtro quente, deve-se deixar que resfrie no dessecador, para que não haja interferência na medida do peso.

f) A areia e a mistura de ácido é então transferida do copo (ver **d**) para o aparato de filtragem. A amostra é filtrada através do cadinho filtrante pré-pesado (funil), com atenção para se transferir todas as partículas do copo para o filtro. Técnicas de filtragem a vácuo são usadas para acelerar esta etapa.

g) A amostra é lavada três vezes no aparato de filtragem com porções de 20ml de água destilada.

h) O filtro é secado e a amostra de areia retida a 105°C (221°F) por um período mínimo de 1 hora ou até que um peso constante seja obtido. A partir daí o filtro é resfriado e a amostra colocada em um dessecador antes da pesagem. O filtro contendo a areia é pesado e seu peso registrado.

i) Cumpridas as etapas anteriores, o percentual de solubilidade da amostra é calculado e registrado usando a seguinte equação:

$$S = \frac{W_s + W_r - W_{fs}}{W_s} \times 100 \quad (3.4)$$

Onde:

S = solubilidade da areia, porcentagem de peso.

W_s = peso do propante, em gramas.

W_f = peso do filtro, em gramas.

W_{fs} = peso do filtro com areia, em gramas.

3.4.3

Máximo Recomendado de Solubilidade em Ácido

O material ácido-solúvel no propante de fratura não deve exceder os valores mostrados na Tabela 3.1.

Areia (peneira)	Solubilidade Máxima (percentual de peso)
#6/12 até #30/50	2,0
#40/70 até #70/140	3,0

Tabela 3.1: Tabela indicando os valores máximos de solubilidade de propantes em meio ácido de acordo com a Norma API 56.

Obs.: Hoje, porém, temos conhecimento de que já existem Normas ISO e ABNT que estão prestes a serem aprovadas em substituição as Normas API. Estas novas normas permitirão dissolução máxima do propante de até 5,0 % do peso.

3.5

Cálculo da Resistência ao Esmagamento

Os propantes variam em composição, densidade e resistência. O teste de resistência crush é útil para determinação e comparação da resistência crush dos diferentes tipos de propantes. O teste é conduzido usando um dado volume de partículas de propante, todas peneiradas e dentro de uma faixa de tamanho especificada.

3.5.1

Procedimentos e Equipamentos Usados para Medir a Resistência Crush

- Amostra do propante;
- Balança analítica de 0,01g de precisão;
- Célula para testar a resistência crush do propante. Esta célula é mostrada na figura 3.1;
- peneiras de tamanhos variados, incluindo 12/20 e 20/40 mais um fundo para peneira, para peneirar e separar os finos;
- dispositivo agitador de peneiras, conforme figura 3.2;
- prensa com capacidade para aplicar a carga requerida para executar os níveis de tensão fixados na tabela 3.2, conforme a Norma API RP 60. A prensa deve ter plataformas que tem de ser mantidas paralelas durante a aplicação da carga na célula. A pressão deve ser calibrada para assegurar que as tensões medidas sejam precisas.

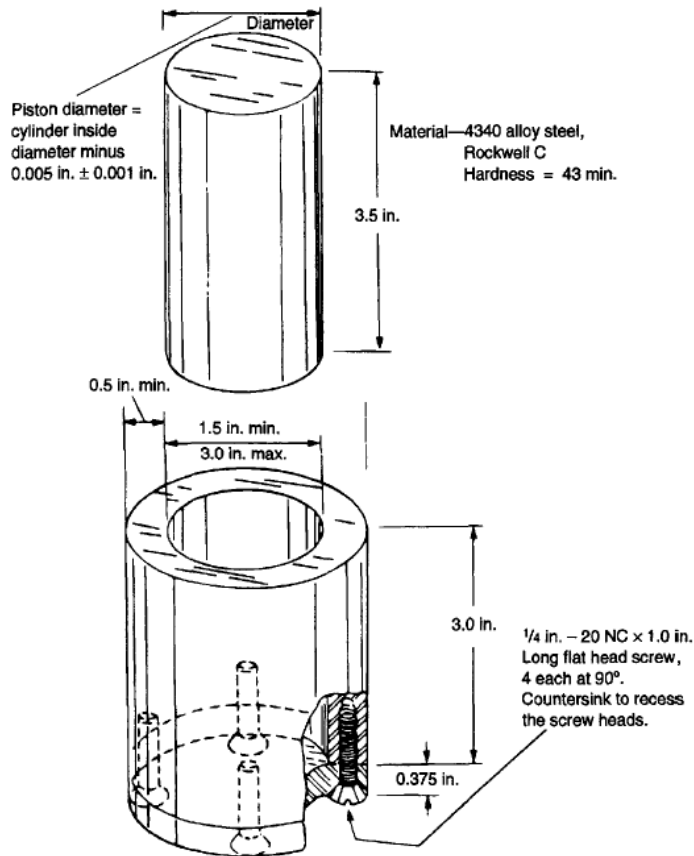


Figura 3.1 – Exemplo de célula-teste usado no teste de resistência crush do propante.(extraído da API RP 56)



Figura 3.2 – Foto de um equipamento agitador de peneiras.(extraído de: www.bertel.com.br)

Tamanho do Propante	Tensão sobre o Propante	Sugestão de Finos Máximos Permitidos (% por peso)
6/12	2.000	20
8/16	2.000	18
12/20	3.000	16
16/30	3.000	14
20/40	4.000	14
30/50	4.000	10
40/70	5.000	8
70/140	5.000	6

Tabela 3.2: Sugestão de limite de finos de acordo com o tamanho do propante para níveis de tensão previamente determinados segundo a norma API RP 56.

Após a aplicação da tensão inicial e tendo gerado quantidade de finos inferior ao estabelecido pela Norma, podem-se aplicar tensões seqüentes de 7.500, 10.000, 12.500 e 15.000 psi, podendo gerar uma máxima quantidade de finos estipulada pela Norma em 10% para tamanhos 20/40.

3.5.2 Procedimento Experimental

Depois de determinar a densidade bulk da amostra de propante, o volume de propante a ser usado no teste é equivalente ao volume ocupado por 4 libras (cerca de 1814,36 gramas) de propante 20/40 por pé quadrado de área do pistão da célula-teste (cerca de 0,0929 m²). Após isto, deve-se calcular o peso do material propante necessário em cada teste, como se segue:

$$m_p = 6,18 \cdot \rho_b \cdot D^2 \quad (3.5)$$

onde:

m_p → massa do propante, em g;

ρ_b → densidade bulk do propante, em g/cm³;

D → diâmetro interior da célula-teste, em polegadas.

Deve-se, então, seguir a seguinte ordem de processo:

- 1º) Empilhar o conjunto de peneiras sendo que a peneira de abertura maior deve estar no topo.
- 2º) Colocar uma quantidade suficiente de material propante na peneira do topo de forma a deixá-la suficientemente cheia numa concentração de 1,22 cm³ de propante por cm² do tamanho do mesh especificado da amostra que está sendo testada.
- 3º) Colocar o conjunto de peneiras no equipamento agitador e deixar peneirando por cerca de 10 minutos.
- 4º) Descartar, então, todo o material propante retido na malha da primeira peneira e usar somente o material que se encontra na peneira de baixo.
- 5º) Peneirar material suficiente de forma que oito testes possam ser conduzidos (dois testes cada a quatro níveis de tensão).
- 6º) Pegar uma amostra do material peneirado para calcular o peso e derramar a amostra pesada dentro da célula de teste.
- 7º) Nivelar a superfície do propante na célula. Isto é feito pela inserção do pistão na célula e sem aplicação de qualquer força, girando o pistão em 180°, em uma única direção.

Para garantir a uniformidade no nivelamento da superfície do propante na célula usando o pistão, o comprimento do pistão deve ser de 3,5 polegadas indiferentemente do diâmetro do pistão usado nas células.

8º) Com o devido cuidado para não sacudir a célula e não agitar o pistão e a amostra de propante em seu interior, deve-se colocar a célula na prensa.

9º) Segundo a norma API RP 60, deve-se usar a seguinte equação para determinar a força, em libras, requerida na prensa para alcançar a tensão prevista sobre a amostra de propante:

$$F = \frac{S.(3,14).D^2}{4} \quad (3.6)$$

Onde:

F → força requerida na célula-teste, em libras;

S → tensão sobre a amostra de propante, em psi;

D → diâmetro interior da célula-teste, em polegadas.

A série completa consiste em submeter duas amostras a cada nível de tensão. Isto, quando o material resiste até o final, caso contrário, pára-se na etapa

em que foi gerada a quantidade excessiva de finos dificultando a realização da etapa seguinte.

A carga requerida na célula deve ser aplicada sob uma taxa uniforme, levando 1 minuto para alcançar o nível de tensão previsto e permanecendo 2 minutos na tensão aplicada. Se a carga aplicada exceder o nível previsto, o teste deve ser abortado. Após este procedimento, deve-se ir reduzindo a carga aplicada até chegar a zero e, então, retirar a célula da prensa. Em seguida, deve-se levar o material retirado da célula ao sistema de peneiras, tomando-se o cuidado de se retirar todo o material, inclusive todos os finos. Levar as peneiras ao equipamento agitador para fazer o peneiramento por cerca de 10 minutos. Após este tempo, retira-se o material esmagado do prato e o pesa.

A equação abaixo é usada para calcular e informar os finos gerados como um percentual do peso da amostra de propante colocada na célula. Cada amostra de propante testada deve ser rodada em duplicidade para cada nível de tensão e os resultados calculados sob uma média.

$$f = \frac{100m_f}{m_p} \quad (3.7)$$

Onde:

$f \rightarrow$ finos gerados no teste, em %;

$m_f \rightarrow$ massa de finos, em g;

$m_p \rightarrow$ massa de propante, em g.

3.6

Teste de Condutividade

A realização do teste é realizada de acordo com a API RP 61. Este teste seleciona o uso do material propante mais adequado de acordo com as características de condutividade da fratura e das operações de fraturamento hidráulico. Os números indicados pelo gráfico não podem ser considerados como valores absolutos de condutividade visto que existem condições específicas do carregamento do reservatório que há de serem consideradas, tais como temperaturas elevadas, resíduos do fluido de fraturamento, embuchamento (*embedment*), dureza da formação, tempo de permanência, entre outros que podem vir a reduzir a condutividade da fratura em 90% ou mais.

3.6.1

Materiais e Equipamentos Utilizados

O teste de condutividade é utilizado para avaliar a condutividade do pacote de propante sob condições de fluxo laminar (Darcy), condição necessária para que o teste tenha precisão de medida. Os seguintes equipamentos e materiais são utilizados no procedimento de teste.

- Unidade de teste: A unidade de teste utilizada é a especificada pela norma, ou seja, um plano de fluxo linear com uma área de base do propante de 10 polegadas quadradas ($64,5 \text{ cm}^2$). Os pistões (ou placas), os calços (espaçadores) das placas e a câmara de testes são construídos em aço inoxidável. Os filtros para a unidade de teste são confeccionados com um suprimento de material para filtro de aço inoxidável de 0,125 polegadas (0,318 cm) de espessura. Os tamanhos nominais das partículas de retenção são de 3 a 10 microns para a saída e de 65 microns para todos os outros orifícios. Filtros prontos estão disponíveis e podem ser adquiridos de inúmeras fontes comerciais.

- Compartimento do carregamento hidráulico: A prensa hidráulica deve ter capacidade suficiente para desenvolver 150.000 libras de força (667,200 N). Para assegurar a distribuição uniforme da pressão, as placas devem estar paralelas uma a outra. A fonte de pressurização hidráulica deve ser capaz de suportar qualquer pressão desejada [$\pm 0,5\%$ ou 20 psi (140 kPa), o que for maior] por períodos de tempo prolongados. A prensa hidráulica deve estar capacitada a mudanças nas taxas de carga de 5.000 lb_f/minuto (2200 N/minuto), isto é 500 psi/minute (3500 kPa/minuto) em uma célula de 10 polegadas quadradas ($64,5 \text{ cm}^2$). Uma prensa de tamanho apropriado equipada com uma bomba hidráulica de pressão compensada é adequada para este teste. Em vez de uma bomba hidráulica de pressão compensada, a prensa pode ser equipada com uma bomba hidráulica convencional em combinação com um sistema auxiliar de ar/óleo capacitado para o nível de pressão e controle de força acima citados.

- Aparelhos para medição da largura do pacote: A medição da largura do pacote deve ser feita a cada final de unidade de teste. Relógios apalpadores, micrômetros,

transformadores diferenciais variáveis lineares (TDVL), ou potenciômetros lineares capazes de medir a uma precisão de 0,001 polegada (0,0025 cm) são utilizados.

- Sistema de direcionamento do fluido de teste: O fluido teste (água deionizada ou destilada) deve ser direcionado a uma taxa de fluxo constante variando de 1 a 10 mL/minuto ($\pm 1,0\%$). Bombas de taxas de fluxo constante (bombas cromatográficas, por exemplo) são consideradas satisfatórias para esta aplicação. Um sistema alternado adequado para esta aplicação inclui uma fonte controlada de pressão a gás (por exemplo, um tanque de nitrogênio e regulador de pressão) direcionando o fluido de teste a uma pressão constante com um pistão ou um acumulador de bexiga. Um amortecimento na pulsação da pressão torna-se necessário em algumas bombas cromatográficas e isto pôde ser alcançado pelo uso de um pistão, acumulador de bexiga, ou outros meios eficazes. As flutuações de pressão durante a medição da pressão diferencial e da taxa de fluxo (para cálculo da condutividade) devem ser mantidas em menos de 2,0%. Altos picos de pressão podem ser indicativos de problemas na bomba ou gás acumulado no sistema de fluxo e precisam ser corrigidos antes do procedimento.

- Indicadores de pressão: A medição da pressão diferencial dentro da célula-teste exige o uso de aparelhos muito sensíveis. Transdutores de pressão diferencial com uma variação de 0 a 0,1 psi (0 a 7kPa) são geralmente satisfatórios. O transdutor deve ser capaz de medir a pressão diferencial a $\pm 5\%$ de qualquer ponto dos dados. Se forem encontradas pressões diferenciais baixas [isto é, abaixo de 0,1 psi (0,7 kPa)], transdutores mais sensíveis poderão ser necessários.

Observação: A maioria dos fabricantes de transdutores de pressão diferencial classifica a precisão como um percentual de escala cheia. Um transdutor de 0 a 1,0 psi com $\pm 0,5\%$ de precisão normalmente significa uma precisão de $\pm 0,005$ psi ($\pm 0,035$ kPa) em qualquer leitura. Já que uma leitura de 0,01 psi (0,07 kPa) pode ser comum, isto é, somente 50% de precisão. Entretanto, experiências de laboratório mostraram que, com calibragem apropriada, muitos destes tipos de transdutores são capazes de uma precisão de $\pm 5\%$ [ou $\pm 0,0005$ psi ($\pm 0,0035$ kPa)] a uma leitura de 0,01 psi (0,7 kPa). Assim, é importante calibrar os transdutores para operar a 10% da escala cheia ou menos.

- Reguladores de contrapressão: O regulador de contrapressão deve ser capaz de manter a pressão a jusante de 50 psi (350 kPa) \pm 5% maior do que a pressão de vapor do fluido de teste (água deionizada).

- Balança de precisão: A balança utilizada tem capacidade de acomodar um mínimo de 100g com uma precisão mínima de 0,1g.

- Fluido de teste: O fluido teste utilizado é água destilada ou deionizada (segundo a norma) recentemente degaseificada (isto é, 1h com pressão absoluta de mercúrio de 25mm (3.3 kPa) à 75° F (24° C). A viscosidade e a densidade de qualquer fluido de teste deve ser conhecida ou medida à temperatura de teste. A Tabela 3.4 deve ser usada para se obter os valores para a viscosidade e a densidade da água).

- Amostra de propante: A condutividade é testada em uma largura de bloco com volume equivalente a 0,25 polegadas (0,64 cm).

- Dispositivos de controle de temperatura - A célula teste e o pacote de propante devem ser mantidos a uma temperatura ambiente de \pm 75° F (24 \pm 3° C). A temperatura do fluido teste é medida nos orifícios de admissão e de saída e a média destas medições é anotada. Esta temperatura será usada para determinar a viscosidade de fluido na Tabela 3.4.

Temperatura em °C (°F)	Viscosidade em cP (mPa.s)	Densidade em g/cm ³
20,0 (68)	1,002	0,9982
21,0 (70)	0,978	0,9980
22,0 (72)	0,955	0,9978
23,0 (73)	0,932	0,9975
24,0 (75)	0,911	0,9973
25,0 (77)	0,890	0,9970
26,0 (79)	0,870	0,9968
27,0 (81)	0,851	0,9965
38,0 (100)	0,678	0,9930

49,0 (120)	0,556	0,9885
60,0 (140)	0,466	0,9832
71,0 (160)	0,399	0,9775
82,0 (180)	0,346	0,9705
93,0 (200)	0,304	0,9633
104,0 (220)	0,270	0,9554
116,0 (240)	0,240	0,9464
127,0 (260)	0,217	0,9376
138,0 (280)	0,198	0,9281
149,0 (300)	0,181	0,9182

Tabela 3.3: Relaciona a temperatura, a viscosidade e a densidade da água para o teste.

- *Dispositivos de medição de carregamento* - Uma célula de carga eletrônica com temperatura compensada é incorporada em linha entre o aparato hidráulico e a placa oposta da prensa hidráulica. Este tipo de dispositivo é preferível ao uso de medidores de pressão hidráulica como método de determinar a pressão de fechamento aplicada à célula teste.;

3.6.2 Procedimento Experimental

Todo o procedimento experimental é realizado seguindo estritamente o que consta na Norma API RP 61. Segundo esta, a primeira coisa a se fazer é a calibração do equipamento. Nesta etapa, os indicadores de pressão presentes na corrente de fluxo do fluido de teste devem ser calibrados e reavaliados a cada teste realizado. Outros equipamentos do aparato devem estar calibrados inicialmente e ao menos uma vez por ano. Os dispositivos de carregamento hidráulico são calibrados usando calibradores específicos. Assim, indicadores, micrômetros, potenciômetros, transdutores, entre outros, devem ser calibrados e testados.

No teste de condutividade usa-se água destilada como fluido de teste. O teste de condutividade é usado para avaliar a condutividade do pacote de propante sob condições de fluxo laminar (Darcy). As condições de realização deste teste são de acordo com a norma API RP 61. Uma cópia desta norma utilizada para a realização do teste está disponibilizada ao final deste trabalho, no Apêndice A.

Após a calibração e checagem dos equipamentos faz-se a preparação da unidade de teste para a avaliação da condutividade do pacote de propante. Após a preparação procede-se então o registro dos valores de condutividade do pacote de propante. Esta preparação é dividida em algumas etapas, que são:

a) Colocação de um filtro de aço inoxidável nos orifícios de entrada (65 microns) e saída (3 a 10 microns) do fluido e em cada um dos orifícios que apresentam diferencial de pressão (65 microns) dentro da unidade teste de condutividade. Os parafusos de retenção devem ser ajustados para que o filtro fique nivelado com a superfície interna da unidade de teste. Os filtros devem ser substituídos periodicamente porque eles podem ficar obstruídos com o propante esmagado. Filtros obstruídos são evidenciados pelo aumento na pressão de impulsão necessária para fluir através da unidade de teste e pelas medidas imprevisíveis da pressão diferencial.

Nota: Quando os propantes são testados a níveis de pressão onde ocorre esmagamento significativo, o filtro a jusante fica frequentemente completamente entupido com o material esmagado fino impedindo, assim, o fluxo através da unidade de teste. Se isto ocorrer ou for previsto, o filtro a jusante deve ser removido (e não substituído) e o orifício do filtro preenchido com material propante. Isto pode ser conseguido virando-se a célula teste com o orifício de descarga para baixo, despejando uma pequena quantidade de propante dentro do orifício do filtro, comprimindo levemente com um punção ou um instrumento sem ponta.

Continua-se enchendo e pressionando até que o orifício esteja cheio e bem preenchido. Caso este método seja utilizado, o material fino esmagado será transportado para fora da unidade de teste juntamente com o fluido teste. Reguladores de contrapressão ou outros instrumentos que possam ser danificados pelo material esmagado fino não devem estar localizados diretamente na linha de descarga. A contrapressão pode ser suprida de forma segura usando-se um acumulador pressurizado na linha de descarga.

b) Colocação do pistão inferior equipado com o anel quadrado na câmara de teste.

Nota: Uma quantidade bem pequena de graxa aplicada à borda chanfrada no fundo da câmara de teste ajuda muito no esforço para inserir o pistão e o anel quadrado na câmara.

c) Posicionamento da placa de propante em cima do pistão inferior. A placa deve ser plana para que a camada de propante tenha uma área de seção transversal uniforme. Para garantir a uniformidade, a profundidade da placa até o topo da câmara de teste deve ser medida com um calibre de profundidade em pelo menos 3 lugares ao longo da extensão da placa. Não deve haver mais do que 0,01 polegada (0,025 cm) de diferença nestas medidas entre a superfície da placa e o topo da câmara de teste.

d) Carregamento da célula teste com a quantidade de material propante desejada.

e) Nivelamento da camada de material propante na unidade de teste com um dispositivo laminar. O material propante não deve ser nivelado por vibração ou calcando, pois isto vai gerar concentração de finos no fundo da unidade de teste.

f) Colocação de outra placa de propante em cima do pacote de propante nivelado. Isto deve ser feito cuidadosamente, sem mexer com o material propante. Uma lingüeta feita de fita crepe (ou similar) colocada no centro da placa pode ser usada como uma “alça” para posicionar a placa na camada de material propante. Assim que a placa estiver no lugar, procede-se a remoção cuidadosa da “alça” de fita crepe, mais uma vez evitando mexer com o material propante.

g) Colocação do pistão superior equipado com o anel quadrado na câmara de teste. Deve-se lubrificar levemente o anel com graxa e empurrá-lo para baixo manualmente até que ele toque a placa superior de propante.

h) Colocação da unidade de teste entre as placas da prensa. Deve-se aplicar pressão hidráulica e levantar a placa inferior até que uma pressão de fechamento de 1000 psi (6900 kPa) seja aplicada à unidade de teste, usando uma taxa de carga máxima de 500 psi/minuto (3500 kPa/minuto).

i) Remoção do gás residual fechando as válvulas A de admissão e de saída e puxando um vácuo [25mm de mercúrio (3,3 kPa) a 75° F (24° C)] na saída final da unidade de teste até que todo o gás tenha sido removido da unidade e das linhas do transdutor. Deve-se abrir vagarosamente a válvula de saída e circular fluido teste degaseificado dentro da unidade até que a célula, as linhas de fluxo e as linhas do transdutor de pressão estejam cheias.

j) Fechamento da válvula de vácuo B e vagarosamente trazer a pressão do fluido teste para o nível operante ou para um mínimo de 10 psig (69 kPa). Usando os orifícios de sangria do transdutor, assegurando-se de que não há gás retido no transdutor ou em seu encanamento associado.

j) Checagem dos vazamentos nas conexões da unidade de teste ou encanamento associado. Deve-se consertar qualquer vazamento e não mexa no pacote de propante.

l) Conferência de vazamentos ao redor dos pistões. Se for encontrado algum vazamento, o teste deve ser encerrado e a unidade de teste recarregada com novo material. Os problemas de vazamento devem ser corrigidos nesta hora.

m) Abertura vagarosa da válvula de saída A e ajuste da contrapressão, se estiver sendo usada.

n) Deve-se conferir a uniformidade do pacote de propante utilizando um dos seguintes procedimentos:

- Medir a largura da camada de propante em cada extremidade da unidade de teste. Se houver uma diferença de 5% ou mais entre estas medidas de largura, isto indica um nivelamento não-uniforme e o teste deve ser encerrado e a unidade de teste recarregada com novo material e nivelada.

- Circular fluido de teste através da unidade de teste a uma taxa constante e comparar a queda de pressão entre os orifícios. Pressões diferenciais que variem

em 5% ou mais indicam nivelamento não uniforme. Se isto ocorrer, o teste deve ser encerrado e a unidade de teste recarregada com novo material e nivelada.