

UN ESTUDIO A ESCALA DE LABORATORIO DEL COMPORTAMIENTO FRENTE A LA COMPRESIÓN DE LECHOS DE ELEMENTOS DE SOSTÉN CERÁMICOS

M.E. Cipollone / M.B. Epele / A. Florida, Y-TEC SA
M.F. Hernández / C. Torres / M.R. Gauna / M.S. Conconi / G. Suarez / E.F. Aglietti / N. M. Rendtorff, Centro de Tecnología de Recursos Minerales y Cerámica CETMIC (CIC-CONICET), rendtorff@cetmic.unlp.edu.ar

1. Sinopsis

Lechos de elementos de sostén (proppants) cerámicos son introducidos junto a los fluidos de fractura con el objeto de mantener la permeabilidad de los pozos no convencionales de hidrocarburos. Estos son sometidos a cargas de compresión durante estas operaciones y posterior producción de pozos. Generalmente la aptitud de los mismos a esta solicitud es evaluada mediante un ensayo de tipo “crush” en el cual se pondera el porcentaje en peso no dañado luego de ser sometidos a una carga uniaxial determinada (entre 7,5 y 10 kpsi).

En el presente trabajo se muestran los resultados de un estudio sistemático del comportamiento frente a la compresión uniaxial en todo un rango de cargas incluso por encima de los valores cargas a los que son sometidos los proppants en operación (120 MPa) de un proppants comercial de actual utilización en pozos Argentinos. Se construyeron las curvas esfuerzo – deformación (σ vs. ϵ) en todo el rango, encontrándose tres zonas bien delimitadas, correspondientes a la zona acomodamiento del lecho (i), una zona lineal donde se divisan una primera sub-zona de compresión sin deterioro (iiA), la sub-zona de colapso individual de algunos elementos de sostén (iiB), y por último la zona de colapso general de una importante proporción de los elementos de sostén (iii).

Asimismo se evaluó el porcentaje del lecho deteriorado por tratamientos intermedios. Por último se caracterizó, mediante observación en lupa y microscopía electrónica de barrido la morfología del polvo resultante de los proppants deteriorados, esto último permitió inferir el tipo de fractura catastrófica que origina el colapso de estos proppants.

El presente ensayo podría ser utilizado para la caracterización del comportamiento mecánico de los lechos de elementos de sostén. Presentando una potencial utilización, tanto en el diseño como en el control y selección de elementos de sostén cerámicos.

2. Introducción

Este trabajo se enmarca en el estudio de recursos no convencionales. Con esto se refiere a hidrocarburos que se encuentran en rocas de muy baja porosidad y permeabilidad. Los cuales requieren ser estimulados para ser productivos. Esta estimulación busca generar un espacio que tenga mayor permeabilidad, esto se logra fracturando la roca e inyectando elementos de sostén. Esta combinación logra formar un lecho que cumple dos funciones principales. Soportar la presión natural por la carga del soterramiento y permitir el paso del hidrocarburo a través del lecho generado [1].

Quien cumple con estas funciones es el elemento de sostén o proppant (ES), el cual tiene diversos orígenes y propiedades según la necesidad específica. Desde el punto de vista de su composición hay ES poliméricos, arenas naturales, arenas resinadas, cerámicos [1-2]. Si bien este estudio ha a bordado un ES cerámicos, la experiencia será trasladada a otro tipo de ES.

En particular en este trabajo nos enfocamos a su capacidad de soportar carga. Las características más relevantes de un elemento de sostén son evaluadas en la Norma API 19C [2-5].

Dentro de esta norma se incluye un ensayo de *crush* el cual sintéticamente cuantifica el porcentaje de elementos de sostén rotos luego de aplicar carga separando por tamaño utilizando un tamaño de

mallado definido [6-9]. Se han propuesto algunas modificaciones a este ensayo que mejorarían su representatividad [10-13], dentro de estas propuestas se enmarca el presente trabajo.

Con el fin de establecer herramientas de caracterización de los ES; el objetivo del presente trabajo es el de estudiar el comportamiento mecánico de un lecho de elementos de sostén cerámicos bajo una compresión uniaxial. Y describir las distintas etapas por debajo y por encima de las sollicitaciones mecánicas típicas de operación en pozo. El presente estudio sistemático permitiría establecer algún parámetro (o grupo de parámetros) de mérito de los elementos de sostén cerámicos, basados en un ensayo mecánico relativamente sencillo, con potencial aplicación en el diseño y control de elementos de sostén cerámicos. Y disponer de una herramienta para la selección, control y diseño de elementos de sostén.

3. Desarrollo

3.1. Materiales y métodos

3.1.1. Material estudiado

En el presente estudio hemos evaluado un elemento de sostén cerámico (Carbolite (20/40), Estos presentan una esfericidad de 0,9 y una redondez de 0,9. La densidad del lecho es de $1,57 \text{ g/cm}^3$. La densidad aparente de los ES es de $2,71 \text{ g/cm}^3$. La solubilidad en mezcla HCl/HF según norma API 19C de 1,7 % de pérdida de masa El 93 % de los ES presenta es retenido por la malla 40 y es pasante en la malla 20, el 7 % restante es pasante malla 16 y retenido en la malla 20. El porcentaje de finos generados en ensayos de *crush* (API /ISO) de @7500 psi (50 MPa) y @10000 psi (70 MPa) de 5,2 y 8,3 %.

3.1.2. Método de ensayo

En el presente ensayo se empleó una máquina de ensayo mecánico universal (INSTRON 5985, USA) con una celda de carga de 250 kN. Los ensayos se realizaron a velocidad de desplazamiento constante de 0,05 mm/min. El comportamiento en compresión uniaxial de los lechos fue estudiado en probetores cilíndricos metálicos (figura 1) de 18,0 mm de diámetro similar al empleado por Guarav y col. [13]. Fueron estudiados 4,0 gramos de elementos de sostén, asegurando espesor de lecho de 10,0 mm y aproximadamente 6500 elementos de sostén.

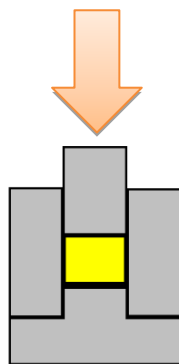


Figura 1: Esquema del corte transversal del probetor metálico cilíndrico, de 18,0 mm de diámetro interno. Los lechos estudiados fueron de 10,0 mm de altura.

Los lechos estudiados, por triplicado, fueron sometidos a ciclos de hasta 10,0; 20,0 y 30 kN. Las curvas esfuerzo (σ) - deformación (ϵ) fueron construidas de los valores de carga (Q) en función de desplazamiento (Δh). La relación funcional de este comportamiento fue ajustada (por el método de mínimos cuadrados) por etapas.

Los finos resultantes de los tres ensayos realizados fueron cuantificados (por tamizado malla 100) y caracterizados mediante observación en microscopia electrónica de barrido, (Quanta FEI 200). Por último la distribución de tamaño de partícula de los finos resultantes fue evaluada mediante dispersión laser (Malvern Mastersizer 2000).

3.2. Resultados y discusión

3.2.1. Curva carga en función del desplazamiento del probetero y curvas esfuerzo de compresión en función de la deformación del lecho de proppants.

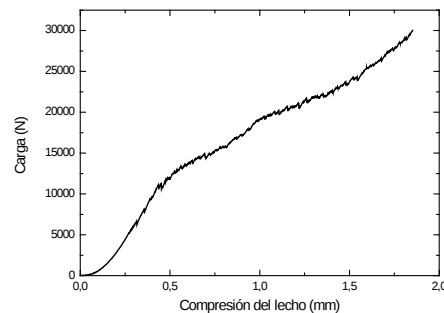


Figura 2: Curva carga en función del desplazamiento (en compresión) del lecho de elementos de sostén cerámicos.

La figura 2 es un ejemplo de las tres curvas obtenidas a desplazamiento constante (0.05 mm/min, la desviación entre las mismas fue despreciable. Se observa que el comportamiento presenta varias etapas, las cuales pretendemos describir a continuación, con el objeto de obtener información extrapolable, el análisis se llevó adelante las curvas de esfuerzo (σ) en función de la compresión relativa del lecho (ϵ).

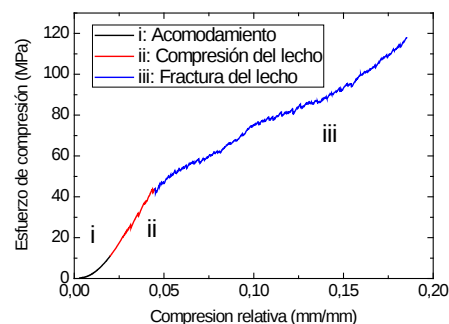


Figura 3: Esfuerzo de compresión del lecho de elementos de sostén (σ) en función de la compresión relativa del lecho (ϵ), para todo el rango estudiado; se identificaron tres zonas: i) zona de acomodamiento del lecho, ii) zona de compresión del lecho, iii) zona de fractura del lecho.

La figura 3 muestra el comportamiento a la compresión del lecho de elementos de sostén estudiados, basándonos en el comportamiento funcional se identificaron tres zonas i, ii y iii. Las figuras 4, 5 y 6 muestran las curvas de cada una de las zonas, el resultado del ajuste lineal por el método de cuadrados mínimos se muestra también en las figuras correspondientes a las zonas ii y iii.

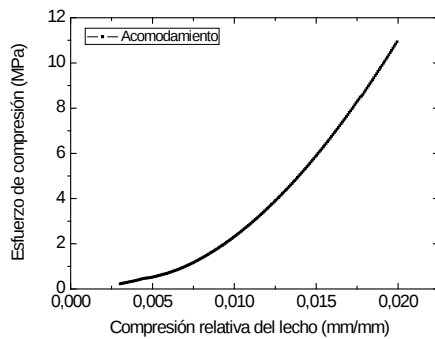


Figura 4: curva de esfuerzo de compresión de lecho en función de la compresión relativa del lecho en la zona i, correspondiente al acomodamiento e las esferas.

La primera zona (i) presenta un comportamiento exponencial, y corresponde con el acomodamiento del empaquetamiento del lecho y se encuentra comprendida entre el inicio del ensayo y el 2 % de compresión del lecho. En este rango de hasta ≈ 10 MPa, la carga uniaxial permitió el acomodamiento de las (cuasi) esferas cerámicas, las esferas rotan y ocupan los huecos intersticiales del empaquetamiento, si bien la esfericidad es elevada, no se llega a un empaquetamiento compacto teórico, debido a las desviación de esfericidad, el efecto borde, entre otras razones. Sin embargo se puede estimar que es elevado [13]. Estudios previos han demostrado que este acomodamiento puede llegar a influenciar en el resultado de las caracterizaciones tipo *crush test* [13]. Este ensayo permite diferenciar adecuadamente, el acomodamiento de la segunda zona (ii) correspondiente a la compresión propiamente dicha del lecho de ES. Hemos identificado dos zonas (iiA e iiB), que fueron agrupadas.

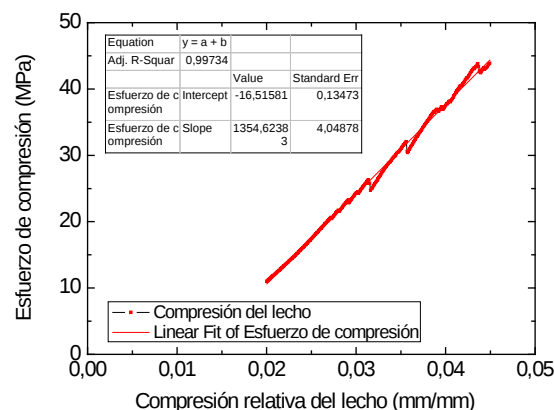


Figura 5: Curva de esfuerzo de compresión de lecho en función de la compresión relativa del lecho en la zona ii, correspondiente a la zona de compresión de lecho, sin rotura importante.

La segunda zona (ii) se encuentra entre el 2% y el 4,5 % de la compresión del lecho a velocidad constante y en términos de carga entre ≈ 10 y ≈ 45 MPa. La zona presenta comportamiento lineal, es decir el lecho de esferas se comporta como un sólido aparente. Dentro de esta zona se encontraría la zona de trabajo óptima de los elementos de sostén, ya que permitirían el aumento de permeabilidad del pozo de manera estable. Cabe destacar que a partir de la segunda mitad (iiB) de esta zona se pudieron observar (en los tres ensayos idénticos) una serie de discontinuidades, que sin embargo no modifican el comportamiento general del lecho en términos de su respuesta a la compresión uniaxial en las condiciones ensayadas. Estas discontinuidades se corresponden al colapso de algunos elementos de sostén que por su condición local hayan alcanzado una sollicitación

mecánica que supere su resistencia mecánica, este colapso genera varios fragmentos de menor tamaño que son descritos más adelante. Estos huecos son luego llenados por las esferas cercanas, haciendo levemente más eficiente el empaquetamiento del lecho, y presentando un repentino decrecimiento en la curva. Sin embargo, se puede decir, que estos fenómenos son locales y relativamente despreciables, en comparación con los 6500 ES presentes en el ensayo. La fracción de elementos colapsados es muy baja y no fueron detectados por tamizado (sección 3.2).

La pendiente evaluada en este rango fue de 1354 (± 4) MPa, podría ser entendida como un módulo de elasticidad uniaxial del lecho confinado. Teniendo en cuenta que no existió importante rotura de elementos de sostén, y la baja velocidad empleada durante el ensayo, esta zona del ensayo podría ser considerada reversible o cuasi-reversible. Este valor junto con los límites de esta zona podría llegar a ser utilizados como parámetro para poder comparar el comportamiento mecánico de lechos de elementos de sostén. En el laboratorio nos encontramos trabajando en la caracterización del comportamiento a cargas cíclicas por debajo del límite de rotura de los lechos de elementos de sostén cerámicos.

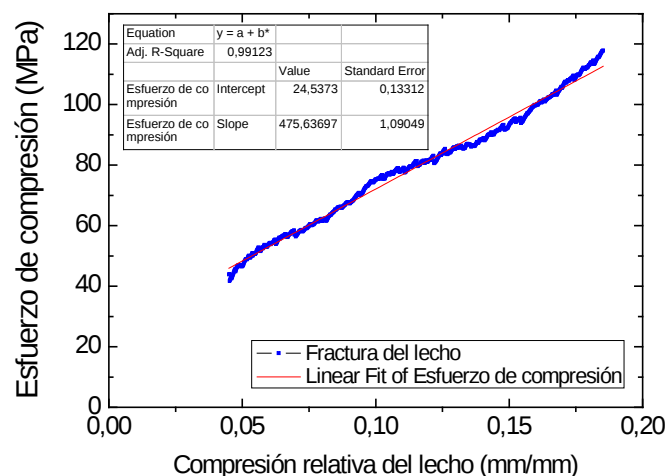


Figura 6: Curva de esfuerzo de compresión de lecho en función de la compresión relativa del lecho en la zona iii, correspondiente a la zona de compresión de lecho, con importante rotura.

La tercera zona identificada (zona iii) comienza cerca del 4,5 – 5 % de la compresión relativa del lecho, en el presente ensayo solo estudiamos el 20% de la compresión del lecho. Ya que entendimos que por encima de ese valor el colapso de los elementos de sostén supera los límites deseables para su utilización. En términos de esfuerzos esta tercera zona comienza cerca de los 40 MPa y alcanza los 120 MPa cuando el desplazamiento del embolo del probetor había recorrido el 20 % del espesor del lecho.

En esta zona el colapso de los elementos de sostén no fue individual, a medida que el embolo avanza lentamente comprimiendo el lecho una fracción (considerable) de los mismos colapsa generando huecos en el empaquetamiento que son ocupados por el lecho. Al mismo tiempo los finos resultantes también ocupan los huecos generados por el empaquetamiento de esferas y finos. Es por esta razón que la resistencia colectiva disminuye en términos diferenciales y el avance del embolo recibe menor resistencia.

Debido al elevado colapso de elementos de sostén se puede asegurar que esta zona del ensayo es irreversible. En este caso los finos pasan a ser parte del lecho, los cuales hacen decrecer notablemente la permeabilidad de los pozos. El ensayo de conductividad se ocupa de estimar la pérdida de permeabilidad [2].

Destacablemente de esta tercera zona también presenta un comportamiento lineal en las condiciones ensayadas, la bondad del ajuste lineal (R^2) es de 0,991. La pendiente de la curva σ vs. ϵ , es de 475

(± 1) (un 66 % menor a la evaluada en la zona ii). Este valor junto con el límite inferior (40 MPa) podría ser empleado como parámetro para comparar y verificar el comportamiento mecánico de los lechos de elementos de sostén. En la próxima sección se muestra los resultados de la caracterización de los finos resultantes.

3.2.2. Formación de finos debido a la compresión uniaxial de lechos de elementos de sostén.

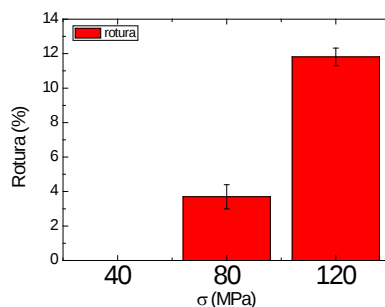


Figura 7: Fracción de finos resultante en función del esfuerzo alcanzado.

Con el objeto de caracterizar los finos resultantes de este tipo de solicitaciones La caracterización de los finos consistió en la cuantificación de los mismos por tamizado, y en la caracterización granulométrica y en la observación morfológica por microscopía (óptica y electrónica). Para lo cual se realizaron ensayos *batch* a 40, 80 y 120 MPa. Que se correspondían con compresiones relativas de 4,5 %, 14% y 20 % de los lechos. Los lechos sometidos a esas cargas fueron luego tamizados, los finos pasantes malla 100 fueron cuantificados y caracterizados y denominados f40, f80 y f120 respectivamente.

La figura 7 muestra la fracción de finos generados en función de presión. Los finos obtenidos en el límite entre la zona ii y la zona iii (40 MPa) fueron despreciables. Los finos observados a 80 MPa 120 MPa fueron de 4 % y 12 % y por debajo de los declarados por el fabricante en su ficha técnica para ensayos de 50 y 70 MPa. Debido a que en el presente estudio hemos abordado los finos menores a malla 100 y no los de malla 40.

3.2.3. Distribución de tamaño de partícula de los finos resultantes a distintos tiramientos mecánicos

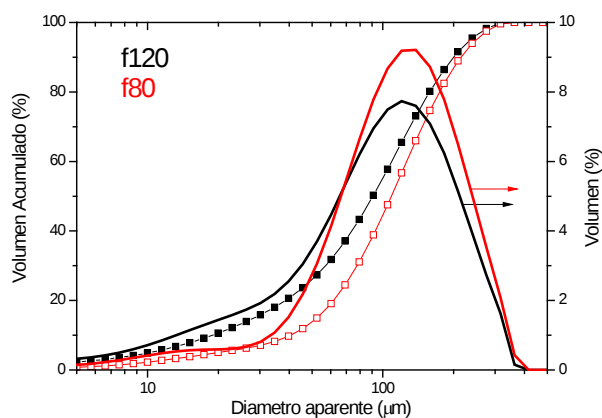


Figura 8: Distribución de tamaño de partícula (dispersión laser) de los finos resultantes f80 y f120. (Distribución volumétrica (líneas) y acumulativa (cuadrados)).

Tabla 1: Percentiles de obtenidos en el análisis granulométrico de los finos generados en el ensayo de compresión.

	Carga máxima (MPa)		
	f40	f80	f120
D ₁₀ (μm)	despreciable	40,7	18,9
D ₅₀ (μm)		108,7	90,7
D ₉₀ (μm)		214,4	199,7

La figura 8 muestra las curvas granulométricas de los finos evaluados (f80 y f120). Se observa que ambas distribuciones son similares: sigmoideas o gaussianas (según sea la curva de distribución o la acumulativa) en ambos casos asimétricas. Ambas distribuciones presentan una moda cercana a los 100 μm, con el mayor porcentaje de finos comprendido entre 40 y 300 μm. Los resultados de los percentiles se muestran en la tabla 1. Sin embargo, si se observa que el fino separado luego de tratamiento mecánicos más severos (f120) presenta una mayor proporción de finos de entre 10 y 30 μm. si entendemos que el colapso de los granos finos en el tratamiento es algo progresivo y que los finos resultantes en los primeros colapsos siguen colapsando y fraccionándose en granos menores. De todas maneras la mayor proporción de los finos tiene un rango granulométrico como el mencionado, entre 40 y 300 μm.

3.3. Caracterización morfológica de los finos resultantes por microscopía electrónica de barrido (SEM).

Las figuras 9 y 10 muestra imágenes (SEM) con distintos aumentos (x 70, x 300 y x 600) de los finos producidos en los ensayos f80 y f120 respectivamente. Se puede observar granos angulosos y superficies libre de fractura típicos de las fracturas aparentemente frágiles de materiales cerámicos, se observan algunos puntos negros sobre estas superficies que se corresponden con los poros típicos de las microestructuras de los elementos de sostén cerámicos [1]. El tamaño de los granos es correspondiente con el evaluado por la técnica de dispersión laser (figura 8). Sobre los granos angulosos se puede observar la presencia de granos más finos de algunos micrones que se corresponden con la fracción de finos de la misma figura. Claramente se puede observar que el número de finos es notablemente mayor en las imágenes del polvo f120. Evidenciando que el colapso de los ES es gradual y que los finos generados en primera instancia (de entre 40 y 300 μm) también colapsan a granos más finos de algunas decenas de micrones.

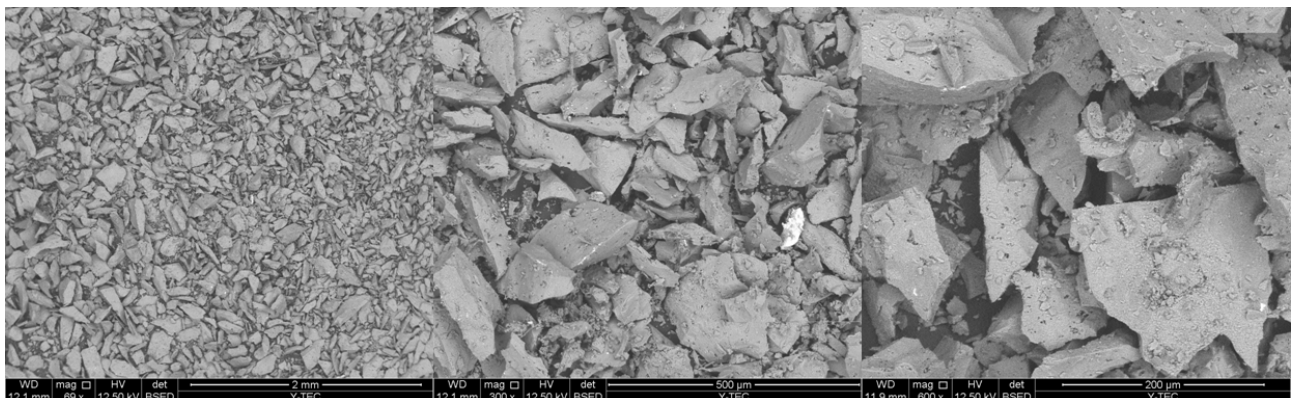


Figura 9: Imagen SEM del residuo tamizado (#100) luego del tratamiento de f80.

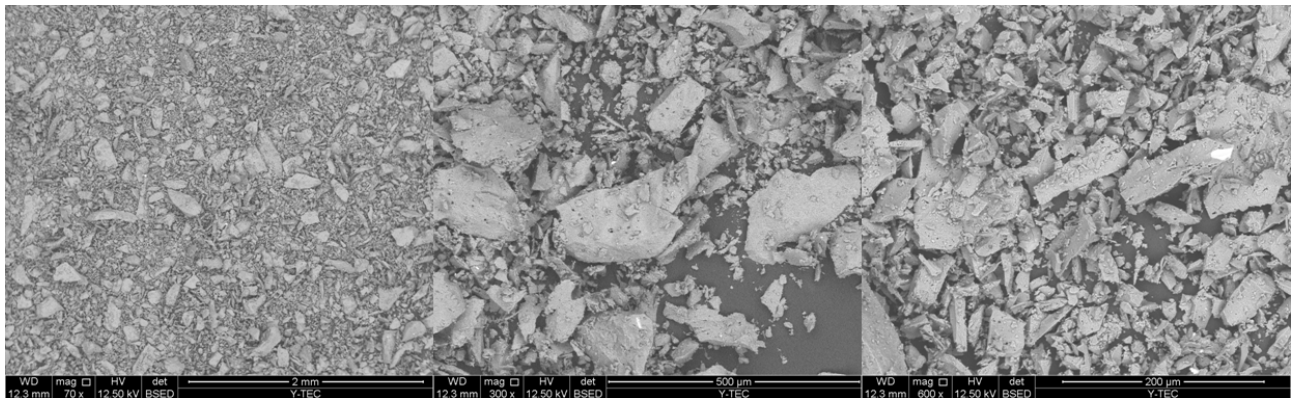


Figura 10: Imagen SEM del residuo tamizado (#100) luego del tratamiento de f120.

4. Conclusiones

En el presente trabajo se muestran los resultados de un estudio sistemático del comportamiento frente la compresión uniaxial en todo un rango de cargas, incluso por encima de los valores cargas a los que son sometidos los proppants en operación (120 MPa), de un proppants comercial de actual utilización en pozos Argentinos.

Se construyeron las curvas esfuerzo – deformación (σ vs. ϵ) en todo el rango, encontrándose tres zonas bien delimitadas, correspondientes a la zona acomodamiento del lecho (i), una zona lineal donde se divisan una primera sub-zona de compresión sin deterioro (iiA), la sub-zona de colapso individual de algunos elementos de sostén (iiB), y por último la zona de colapso general de una importante proporción de los elementos de sostén (iii) también con un comportamiento lineal, las pendientes y límites de las zonas podrían ser empleadas como parámetros de mérito del comportamiento mecánico de lechos de elementos de sostén.

Asimismo se evaluó el porcentaje del lecho deteriorado por tratamientos intermedios, se correspondieron con los valores informados por el fabricante. Por último se caracterizó, mediante observación microscopía electrónica de barrido la morfología y tamaño (entre 40 y 300 μm) del polvo resultante de los proppants deteriorados, esto último permitió inferir el tipo de fractura frágil que origina el colapso de estos proppants.

El presente ensayo podría ser utilizado para la caracterización del comportamiento mecánico de los lechos de elementos de sostén. Presentando una potencial utilización, tanto en el diseño como en el control y selección de elementos de sostén cerámicos.

5. Bibliografía

1. Liu, Y., Fonseca, E., Hackbarth, C., Hulseman, R., Tackett, K.N. A new generation high-drag proppant: Prototype development, laboratory testing, and hydraulic fracturing modeling (2015) Society of Petroleum Engineers - SPE Hydraulic Fracturing Technology Conference 2015, pp. 200-205
2. Pearson, C.M., Griffin, L., Chikaloff, J. Measuring field supplied proppant conductivity - Issues discovered in an Operator's multi-year testing program in the Bakken Shale (2014) Society of Petroleum Engineers - SPE Hydraulic Fracturing Technology Conference 2014, pp. 814-825.
3. Aderibigbe, A., Valdes, C.C., Heidari, Z., Fuss, T. Mechanical damage characterization in proppant packs using acoustic measurements (2014) Society of Petroleum Engineers - International Petroleum Technology Conference 2014, IPTC 2014 - Innovation and Collaboration: Keys to Affordable Energy, 4, pp. 3244-3255.

4. Mack, M.G., Coker, C.E. Development and field testing of advanced ceramic proppants (2013) Proceedings - SPE Annual Technical Conference and Exhibition, 4, pp. 2876-2891.
5. Raysoni, N., Weaver, J. Long-term hydrothermal proppant performance (2013) SPE Production and Operations, 28 (4), pp. 414-426.
6. Getty, J., Bulau, C.R. Are the laboratory measurements of proppant crush resistance unrealistically low? (2014) Society of Petroleum Engineers - SPE USA Unconventional Resources Conference 2014, pp. 161-168.
7. Raysoni, N., Pinto, M., Kothamasu, R. Insights into the relationship between single grain and API/ISO crush strength when applied to proppants with or without diagenesis (2013) 47th US Rock Mechanics / Geomechanics Symposium 2013, 3, pp. 1839-1848.
8. Simo, H., Pournik, M., Sondergeld, C.H. Proppant crush test: A new approach (2013) SPE Production and Operations Symposium, Proceedings, pp. 426-437.
9. Palisch, T., Duenckel, R., Chapman, M., Woolfolk, S., Vincent, M.C. How to use and misuse proppant crush tests: Exposing the top 10 myths (2010) SPE Production and Operations, 25 (3), pp. 345-354.
10. Freeman, E.R., Anschutz, D.A., Rickards, A.R., Callanan, M.J. Modified API/ISO crush tests with a liquid-saturated proppant under pressure incorporating temperature, time, and cyclic loading: What does it tell us? (2009) Society of Petroleum Engineers - SPE Hydraulic Fracturing Technology Conference 2009, pp. 123-129.
11. Palisch, T., Duenckel, R., Chapman, M., Woolfolk, S., Vincent, M.C. How to use and misuse proppant crush tests - Exposing the top 10 myths (2009) Society of Petroleum Engineers - SPE Hydraulic Fracturing Technology Conference 2009, pp. 223-237.
12. Schubarth, S., Milton-Tayler, D. Investigating how proppant packs change under stress (2004) Proceedings - SPE Annual Technical Conference and Exhibition, pp. 3181-3187.
13. A. Gaurav, E.K. Dao, K.K. Mohanty, Evaluation of ultra-light-weight proppants for shale fracturing, Journal of Petroleum Science and Engineering, Volumes 92-93, August 2012, Pages 82-88, ISSN 0920-4105, <http://dx.doi.org/10.1016/j.petrol.2012.06.010>.