

350860



P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I O N

por "PROCEDIMIENTO DE GELIFICACION DE SILICATOS SOLUBLES", a favor de la firma francesa PROGIL S.A., residente en PARIS (8^o) (Francia), Rue de Miromesnil, 77.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento de gelificación de silicatos alcalinos que permite obtener composiciones a base de geles de sílice transformables en una masa coherente y dura. También tiene por objeto la utilización de estos geles para la estabilización y la consolidación de suelos.

Se sabe que por medio de la adición a los silicatos alcalinos de ciertos reactantes orgánicos, se pueden obtener geles de sílice capaces de transformarse en una masa dura



que presenta las características de un cemento. Entre los numerosos reactantes ya preconizados se pueden citar en especial: ácidos grasos, fenoles, ésteres de monoácidos orgánicos como el acetato de etilo, amidas de ácidos alifáticos como formamida, bicarbonatos alcalinos, ésteres de polioles como la diacetina o la triacetina, o también las mezclas de varios de estos productos.

5.

Ahora se ha encontrado que los diésteres de ácido succínico constituyen para los silicatos alcalinos muy buenos agentes gelificantes cuya eficacia por lo general es superior a aquella de los monoésteres de alquilo ya conocidos, como por ejemplo el acetato de etilo, y a aquella de los ésteres de polioles que contienen también por lo menos un hidróxilo libre, como por ejemplo la diacetina

10.

15.

Los diésteres utilizables de conformidad con la invención son succinatos de alquilo en donde cada radical alquilo puede contener 1 a 5 átomos de carbono. Tal radical puede ser, por ejemplo; metilo, etilo, propilo, butilo, isobutilo, etc.,

20.

No obstante, es particularmente interesante emplear el dimetil-succinato que presenta la ventaja de una buena solubilidad en agua. En el procedimiento de gelificación de silicatos según la invención, se pueden utilizar los ésteres succínicos solos o en mezcla con otros reactantes gelificantes de tipo conocido como, por ejemplo, el acetato de etilo,

25.

23 FEB



el acetato de etilglicol, diacetina, triacetina, etc..

Los silicatos alcalinos capaces de ser gelificados de conformidad con el procedimiento de esta invención, pueden ser silicatos o polisilicatos de sodio, potasio o litio en donde la relación molecular SiO_2/M_2O esta comprendida entre 2.0 y 5.0, y preferiblemente entre 3.4 a 5. (M = Metal alcalino). Por lo general ellos son utilizados bajo forma de soluciones acuosas que según el análisis tienen un 25 a 40% de extracto seco, como por ejemplo las soluciones de silicato de sodio que tienen un análisis de 31 a 34% Baume (a 20°C.).

Las proporciones relativas de diéster succínico y de silicato alcalino pueden variar entre límites anchos. Sin embargo, se puede decir que las dosis de preferencia son de 5 a 50 partes en peso (extracto seco) por 100 partes de silicato alcalino (extracto seco). Por lo demás, cuando el succinato de alquilo es utilizado conjuntamente con otro gelificante de tipo conocido, las proporciones respectivas de los dos reactantes gelificantes en la mezcla pueden ser muy anchas, por ejemplo 100 a 60 partes (peso) de succinato por 0 a 40 partes del otro reactante.

Un medio cómodo para expresar las cantidades relativas de los constituyentes en las composiciones preparadas según la invención, consiste en emplear las relaciones:

$$25. \quad a = \frac{\text{Peso de reactante (s)}}{\text{volumen de silicato}} \qquad b = \frac{\text{volumen de agua}}{\text{volumen de silicato}}$$

23 FEB



Las variaciones de estas relaciones influyen claramente sobre las características de los geles que se desean obtener. Entre las características reconocidas en general como las mas importantes mencionamos: el tiempo de la gelificación, la resistencia a la compresión, la sensibilidad al agua y la viscosidad de la mezcla entre el silicato y el reactante o los reactantes asi como la variación de esta última en el tiempo. Por lo general es conveniente que la propia gelificación o sea la curación no sea inferior a 10 o 15 minutos ni superior a una hora, debiéndose considerar como un buen promedio un tiempo aproximado de 30 a 50 minutos. Por lo que se refiere a la resistencia a la compresión, se puede considerar que números comprendidos entre 10 y 30 kgs por cm^2 , constituyen buenas características. En fin la viscosidad inicial de la mezcla entre el silicato y el material gelificante debe ser baja, de preferencia inferior a 5 centipoises (a 20°C.) es decir cercana a aquella del agua. Además, ella debe crecer en el tiempo de una manera suficientemente lenta como para permitir, en el trabajo de consolidación de los suelos, las operaciones de inyección y la limpieza de la instalación antes de la toma definida o sea la curación irreversible del gel.

Tomando en cuenta estas características óptimas, se puede decir que relaciones "a" comprendidas entre 0,02 y 0,15 y "b" comprendidas entre 0,4 y 2, resultan por lo general de conveniencia cuando el diéster utilizado es el succinato de



metilo. Sin embargo, se ha comprobado que las 3 características antes mencionadas del gel tomaban sus valores óptimos cuando "b" variaba entre 0.6 y 1 (silicato poco diluido) mientras que "a" se mantenía entre 0.04 y 0.12. En estas condiciones, los tiempos de la toma pueden oscilar entre 5 y 125 minutos, las resistencias a la compresión son superiores a 10 kgs. por cm^2 , y las viscosidades del orden de 2 a 6 centipoises inmediatamente después de la introducción del reactante o de los reactantes en el silicato crecen primeramente en forma lenta y luego asumen valores elevados inmediatamente antes de la formación del gel.

Las condiciones de aplicación del procedimiento de este invento están en conformidad con las técnicas clásicas de gelificación de los silicatos alcalinos. Según una forma de fabricación particularmente ventajosa se introduce durante uno a 2 minutos, en la solución acuosa de silicato alcalino mantenida a la temperatura ordinaria del orden de 20°C ., la solución acuosa del reactante gelificante.

Las composiciones así obtenidas quedan entonces listas para ser inyectadas en los suelos destinados para hacerse estancos y/o para ser consolidados. Ellas son de una manipulación fácil y pueden ser inyectadas en terrenos particularmente densos, gracias a su baja viscosidad inicial, que se aproxima a aquella del agua. Dichas composiciones dan origen a la obtención de geles extremadamente resistentes al agua, cu-

23 FEB.



ya resistencia a la compresión amenudo es superior a 15 kgs por cm^2 , y que se transforman en una masa dura y coherente, análoga al cemento.

5. Las cantidades de las mezclas de silicato y reactante gelificante que se han de usar, con respecto al suelo que se ha de tratar, claramente varían según el tipo de terreno, (arcilloso, arenoso, etc.). Sin embargo, se puede decir que estas situadas por lo general entre un 10% y un 60% de material gelificante con respecto al peso de suelo o sea aproximadamente de 1% a 10%, basado en el peso del extracto seco de los
10 constituyentes según la invención.

Los siguientes ejemplos mencionados a título no limitativo, ilustran la puesta en práctica del invento.

Ejemplo 1

15. Se prepara toda una serie de geles mezclando extemporáneamente, tal como se ha explicado arriba, soluciones acuosas de silicatos de sodio a 31^o Boum^e con relaciones entre "a" y "b" variables, con soluciones acuosas que contienen un 10% de succinato de metilo.

20 El silicato usado presentaba una relacion molar entre el SiO_2 y el Na_2O igual a 3.92.

A continuación se midió las principales características de las mezclas obtenidas, es decir:

25. a) El tiempo de toma T_p , tiempo necesario para que la superficie de un recipiente lleno de la mezcla gelificante e inclina-



do con respecto al plano horizontal. ya no presenta ninguna deformación.

5. b) la resistencia a la compresión R, medida por la resistencia del gel a la introducción de una aguja de un corte de 1.18 cm²., la cual esta unida a un anillo dinamometrico de 100 kgs. en geles de los que han sufrido un envejecimiento de 48 horas y se han conservado bajo una capa de 5 mm. de agua.

c) la viscosidad V. medida a una temperatura de 20°C , con la ayuda del viscosimetro EPPRECHT de tipo "Rheomat 15".

10. Los resultados obtenidos se han consignado en la siguiente tabla I.

TABLA I

Relacion b	Relación a	Tp Minutos	R (Kg/cm ²)
15.	0.04	78	11.3
	0.05	45	17.8
	0.06	29	18.5
	0.08	12	20.8
	0.1	6	27.5
20.	0.035	132	4.4
	0.05	67	10.9
	0.06	45	14.5
	0.075	24	15.0
	0.1	10	15.0
25.	0.12	6	15.0



	Relación b	Relación a	Tp Minutos	R (Kg/cm ²)
5.	1	0.04	125	2.4
		0.05	72	5.9
		0.075	30	11.6
		0.1	16	13.6
		0.12	8	13.6
		0.15	5	13.6
10.	1.2	0.045	210	1.2
		0.05	86	3.8
		0.075	41	8.5
		0.1	21	10.8
		0.12	15	11.1
		0.14	11	11
15.	1.5	0.05	178	1.5
		0.06	90	3
		0.075	56	5.2
		0.1	34	7.3
		0.12	25	8.0
		20.	1.5	0.14
0.16	14			7.3
0.18	10			7.0

25. Para las mezclas de reactantes descritas en la tabla anterior, la viscosidad inicial de la solución de silicato

23 FEB.



5. gelificada variaba entre 1.5 y 5 centipoises. La viscosidad de una composición de relación molecular entre el SiO_2 y el Na_2O de 3.92 y para la cual se tenía: "a" = 0.06 y "b" = 0.8 puede haber sido de 6 centipoises después de 15 minutos y de 10 centipoises al cabo de 34 minutos, siendo el tiempo de la toma aproximadamente 45 minutos.

10. Según se puede notar, los resultados obtenidos son los mejores cuando se utilizan como materia prima un silicato de sodio con una relación molecular elevada entre el SiO_2 y el Na_2O (igual o superior a 3.90) y cuando se escoge una relación "b" (volumen de agua/volumen de silicato) inferior o igual a 1. En este caso, las resistencias a la compresión de los geles logran un valor hasta 28 kgs. por cm^2 . Además, los geles obtenidos son extremadamente resistentes a la acción del agua, algunos
15. se han podido conservar enteramente sumergidos durante mas de un mes en agua, con una tasa ponderal de degradación a 1%.

Ejemplo 2

20. Con el propósito de demostrar la capacidad de consolidación de las composiciones a base de silicato y éster succínico, sobre materiales no coherentes, se han emprendido pruebas sobre arena de Fontainebleau seco.

25. Para este efecto, se llenaron con esta arena probetas que tenían un diámetro de 37.5 mm. y un alto de 75 mm. Dichas probetas fueron sometidas a un ligero movimiento de vibración, sin hundimiento, y luego se ha impregnado la arena por capila-



ridad con mezclas gelificantes obtenidas según el Ejemplo 1. Se hizo variar la cantidad de estas últimas mezclas entre 1% y 10% del peso de la arena (expresada en extracto seco).

5. Luego se cerraron herméticamente las probetas así preparadas para conservar las mezclas fuera de aire. Se efectuaron mediciones de resistencia a la comparación, respectivamente 24, 48 y 72 horas después del tratamiento.

Los resultados obtenidos se dan en la Tabla II abajo.

TABLA II

10. Valor de las relaciones $\frac{a}{b}$ Resistencias (en promedio) en kg/cm^2

	Valor de las relaciones $\frac{a}{b}$		Resistencias (en promedio) en kg/cm^2		
	a	b	a 24 h.	a 48 h.	a 72 h.
0.06	0.8		11.8	11.5	11.5
"	I		7.6	7	7.5
"	1.2		5.5	5.6	5.7
"	1.35		4.5	4.8	4.8
"	1.5		3.6	3.8	3.8

23 FEB



N O T A

- Descrito el objeto del presente invento se declaran
5. como no divulgadas ni practicadas en España las siguientes reivindicaciones:
- 1.- Procedimiento de gelificación de silicatos solubles alcalinos por adición de un agente gelificante a una solución acuosa del silicato, según las técnicas conocidas, caracterizado porque se agrega al silicato, como agente gelificante,
10. un dialquilsuccinato en donde cada radical alquilo contiene 1 a 5 átomos de carbono.
- 2.- Procedimiento de conformidad con lo definido en la cláusula 1, caracterizado porque el dialquilsuccinato es
15. el succinato de metilo.
- 3.- Procedimiento de conformidad con lo definido en las cláusulas 1 y 2, caracterizado porque se emplean 5 a 50 partes en peso de dialquilsuccinato por 100 partes en peso de silicato alcalino (expresado en extracto seco).
20. 4.- Procedimiento de conformidad con lo definido en las cláusulas 1 a 3, caracterizado porque el silicato alcalino posee una relación molar entre el SiO_2 y el M_2O comprendida entre 2.0 y 5.- y de preferencia entre 3.4 y 5, (M = metal alcalino).
25. 5.- Procedimiento de gelificación de silicatos solu-

23 FEB



bles.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de doce hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

5.

Madrid, a

23 FEB, 1968

p.a.

JAIME ISERN

Director General de Patentes