

380 129

P.- 44.971

1508 F JG/AC

Caso Y.J. Kim-

Mitchell - C.F.

Murphy

REGISTRACION DE PATENTES  
CLASE E02  
SUBCLASE 3

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

a nombre de ITT INDUSTRIES, INC.

entidad / ~~nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 320 Park Avenue, Nueva York, Nueva York,  
Estados Unidos de América

por: "UN METODO PARA PRODUCIR UNA ESTRUCTURA CONSOLIDADA"  
(Clase Internacional C09h)

12.6.70

18 J



Resumen de la descripción

5 Se utiliza una única composición para con-  
solidar por procedimientos químicos mediante inyección  
estabilizadora de tierras, arena y otras formaciones po-  
rosas en partículas o aglomerados de sólidos. La compo-  
sición produce estructuras consolidadas de resistencia  
y duración excelentes y tiene un amplio margen de empleos  
en un sistema que comprende una formulación secuencial y  
la inyección subsecuente de las soluciones acuosas for-  
10 madas en el sitio de (a) materiales de base que compren-  
den material polifenólico vegetativo derivado de la corte-  
za de coníferas o un tanico del tipo de catechin o con-  
densado y de (b) mezclas catalíticas que comprenden un  
silicato de álcali metálico, formaldehído o paraformal-  
15 dehído y ácido suficiente para establecer la solución  
catalítica con un pH de 0,5 a 6,0 y preferentemente de  
3-5. Los materiales de modificación opcional tales como  
el asfalto, la arcilla o un cemento hidráulico o material  
fibroso como el amianto pueden incluirse también.

20

Antecedentes del invento

Las composiciones para conglomeración qui-  
mica como las descritas en la patente de Estados Unidos  
3.391.542, están compuestos por soluciones acuosas de  
25 material polifenólico vegetativo derivado de las corte-  
zas de árboles coníferos o taninos del catecín o tipo  
condensado, las cuales soluciones se mezclan con formal-  
dehído y un agente precipitador o catalizador de ión me-  
tálico de cromo, hierro o aluminio (que controla el tiem-  
30 po en el que tiene lugar subsecuente la formación de

12.6.70

**380129**

18 JUN



gels) y se inyecta en un material sólido en forma de partículas como tierra o arena para formar allí un gel sólido y de esta forma producir una estructura conglomerada fuerte, rígida y duradera. Estas composiciones han gozado de aceptación comercial en las industrias de la edificación y de la construcción como ayudas valiosas para estabilizar o consolidar formaciones de tierra o arena, deteniendo sustancialmente la circulación de corrientes subterráneas, sellando muros de fundaciones, aumentando las características de carga permisible al perforar túneles, etc. Sin embargo, las composiciones no están enteramente libres de inconvenientes. Por ejemplo el manejo sin cuidado de las soluciones de sal catalítica de cromo pueden producir toxicidad. Los catalizadores de sales ferrosas, aunque no sean tóxicos, tienden a provocar una transformación en gel prematuros o localizados en las composiciones conglomeradas manifestado por la formación de masas gelatinosas o sin grano que hacen difícil inyectar la composición en las formaciones porosas finas.

#### Resumen del invento

Con el presente invento se vencen las dificultades precedentes y está basado en el descubrimiento inesperado de que las soluciones acuosas de material polifenólico vegetativo derivado de las cortezas de árboles coníferos o de los taninos pueden convertirse en gels en forma muy estable con silicatos de álcalis metálicos solubles en agua, preferentemente silicato de sodio o de potasio. Cuando la reacción de formación de gel se hace adecuadamente en presencia de formaldehído en pH ácido contro-

12.6.70

- 3 -

380129

18 JUN 1970



5 lado, el producto es un gel correoso, rígido, duradero irreversible que es altamente eficaz en aplicaciones de consolidación del tipo descrito anteriormente. El mecanismo mediante el que se han conseguido estos resultados no se comprende totalmente, pero el hecho de que los sistemas objeto de este invento funcionen en ausencia de catalizadores de metal de transición tales como los descritos en la patente antes mencionada es contrario a los resultados que se esperaban, y de lo más sorprendente y animador.

10

Descripción detallada

15 Las composiciones conglomeradas hechas de acuerdo con el invento son totalmente seguras para el personal que las utiliza y para lo que le rodea puesto que los catalizadores de silicato de potasio o de sodio no son tóxicos.

15

20 Puesto que el formaldehído se disuelve fácilmente en soluciones de silicato alcalino de potasio o de sodio y permanece disuelto incluso después de ajuste del pH de la solución a la parte ácida, las composiciones conglomeradoras pueden prepararse de acuerdo con el invento a partir de todos los ingredientes sólidos disueltos en agua en el lugar de empleo. Por lo tanto puede eliminarse el transporte, almacenamiento y manejo de las soluciones de formaldehído y en su lugar pueden pre-empaquetarse los ingredientes activos necesarios en cantidades premedidas como un lote de componentes múltiples, todos ellos secos, sólidos y en forma de partículas para un transporte y manejo más conveniente y económico.

20

25

30 Otro beneficio importante atribuible al único

**380129**



co catalizador es el hecho de que las composiciones conglomeradoras que contengan catalizador de silicato de acuerdo con el invento tienen una viscosidad inicial menor lo que permite una mayor penetración antes de la formación de gel que en muchas de las composiciones de técnicas anteriores basados en los catalizadores de ión metálico. Por ejemplo, en una comparación en la que la única diferencia era el empleo de catalizador de dicromato de sodio comparada con el catalizado de metasilicato de sodio, era que la composición que contenía catalítico de silicato tenía una viscosidad un minuto después de la mezcla que era del 92% menos que la de la composición que contenía dicromato. Estos factores permiten que las composiciones conglomeradoras del invento se inyecten más rápidamente y se dispersen en las formaciones de tierra o de arena, especialmente en las de poro pequeño y gran volumen.

También se ha observado que las estructuras terrosas que han sido conglomeradas con las composiciones objeto de este invento, al secarse tienen menos tendencia a la fractura y al desmenuzamiento, y esto es particularmente valioso para conglomeración, cuando la estructura que tiene que conglomerarse está expuesta a períodos alternativos de humedad y sequía y de helada/deshielo.

También, el hecho de que las composiciones conglomeradoras del invento contengan catalíticos de silicato que se pueden obtener en abundancia en productos comerciales y el coste relativamente bajo, hace las composiciones más económicas para su producción y venta.

Para formar composiciones conglomeradoras del



5 tipo de las del invento que tengan un gran margen de usos,  
es deseable disolver en solución acuosa (1) taninos de  
catecín o de tipo condensado, tales como un material po-  
lifenólico vegetativo derivado de las cortezas de conife-  
ras o del quebracho, o de la mimosa, (2) silicato de sodio  
o de potasio, (3) formaldehído o paraformaldehído y (4)  
un ácido suficientemente fuerte para establecer el pH de  
la solución catalítica en un margen de 0,5 a 6,0. Más es-  
10 pecíficamente, la solución completa formada de acuerdo con  
el invento para inyección en formaciones porosas compues-  
tas por partículas que tiene que conglomerarse, debe con-  
tener de alrededor del 5% a alrededor del 40% de material  
polifenólico vegetativo basado en el peso de la solución  
de alrededor de 0,5 a alrededor de 5% de formaldehído  
15 basados en el peso del material polifenólico, una cantidad  
de silicato de potasio o de sodio que da de alrededor de  
1,0% a alrededor de 15% de  $SiO_2$  en la mezcla de silicato  
soluble basados en el peso del material polifenólico y  
una cantidad suficiente de un ácido fuerte como el ácido  
20 sulfámico o el ácido sulfúrico para establecer el pH de  
la solución catalítica dentro del margen de alrededor de  
0,5 a alrededor de 6,0, preferentemente entre 3,0 y 5,0.  
El silicato de sodio o de potasio debe tener una relación  
de peso de  $SiO_2$  a  $M_2O$  de alrededor de 1,0 a 3,8 ( $M_2O$  in-  
25 dica el óxido metálico respectivo que esté presente en la  
mezcla de silicato).

La solución completa debe mezclarse secuen-  
cialmente en el lugar de aplicación inmediatamente antes  
de que se inyecte en la formación que tiene que conglome-  
rarse. Esto puede hacerse preparando (1) una solución de  
30

18 JUN.



material polifenólico vegetativo y (2) una solución separada de formaldehído, silicato e ingredientes de ácido, preferentemente disolviendo primero el silicato en agua, añadiendo luego la cantidad correcta de formaldehído o paraformaldehído y añadiendo finalmente esta solución a los ingredientes de ácido. En el proceso subsecuente de inyección, se mezclan las dos soluciones en mezcladores comerciales y se inyecta mediante los equipos disponibles para las operaciones de conglomeración. El tiempo de gel después de la mezcla puede controlarse fácilmente midiendo la proporción de solución catalítica relativa a la cantidad de material polifenólico aplicado a la operación de inyección (y mezcla).

Las composiciones que contienen proporciones bien medidas de los ingredientes antes descritos producirán unos gel tenaces, rígidos duraderos e irreversibles para la consolidación permanente sustancialmente de una tierra, arena u otra formación porosa. Así, estas composiciones tendrán una utilización muy amplia en una gran variedad de utilidades específicas, incluyendo en éstas los trabajos de fundaciones, el sellado de pantanos, la construcción de túneles, el sellado de alcantarillado, etc. Si se desea, estas composiciones pueden fortificarse o modificarse con materiales adicionales que pueden ser emulsiones asfálticas acuosas, una arcilla de bentonita, un cemento hidráulico activado con agua como el cemento Portland el yeso para enlucido o el amianto. Cuando se utilizan estos materiales auxiliares, su cantidad puede variar en un amplio margen y puede seleccionarse una cantidad adecuada para la modificación deseada y utilizarse

12.6.70

- 7 -

380129



18 JUN

como quedará claro para los familiarizados con esta técnica.

5 También es un hecho que la solución acuosa de los materiales polifenólicos vegetativos pueden convertirse en gels con catalíticos de silicato de sodio o potasio en ausencia de formaldehído y/o pH ácido. Estos gels son de un carácter más temporal pues tienden a dispersarse en el agua lentamente. Sin embargo, hay ciertos requerimientos especiales para conglomerados que pueden ser cumplidos por estos gels menos duraderos y, por lo tanto, las composiciones conglomeradoras basadas solamente en las combinaciones de material polifenólico y el catalítico de silicato pueden utilizarse en estas aplicaciones. Por ejemplo, en algunas operaciones de excavaciones de tierras, es deseable, algunas veces, consolidar temporalmente la formación de tierra inmediatamente antes de que se excave. Aquí no hay necesidad de una consolidación permanente puesto que la formación de tierra será excavada totalmente y sólo se precisa una estabilización temporal. En estas aplicaciones, las composiciones más sencillas basadas solamente en el material polifenólico vegetativo y en el catalítico de silicato pueden ser de utilidad.

15 Como se ha mencionado previamente, las composiciones consolidadoras de este invento pueden prepararse con todos los ingredientes activos en forma seca y transportarse y almacenarse así a pie de obra en proporciones medidas previamente, utilizándose paquetes de componentes varios disolviendo simplemente secuencialmente los contenidos en agua de acuerdo con las instrucciones

12.6.70

380129



prescritas. Para formular estas composiciones, es necesario utilizar paraformaldehído como fuente s31ida del formaldehído y 31cido sulf31mico u otras sales de 31cido como fuente s31ida del 31cido fuerte requerido para ajustar el pH de la soluci31n catal31tica dentro del margen de 0,5 a 6,0. El material polifen31lico vegetativo y, por supuesto, los silicatos de potasio y de sodio son ingredientes secos y s31lidos. Todos estos ingredientes pueden alojarse separadamente en un solo paquete con varios componentes en cantidades predeterminadas que cuando se disuelven en cantidades predeterminadas de agua dar31n una soluci31n acuosa consolidadora qu31mica que tiene unas proporciones relativas 31tiles de los ingredientes activos. M31s espec31ficamente, el contenido disuelto de material polifen31lico vegetativo constituir31a de alrededor del 5% a alrededor del 40% del peso de la soluci31n. El silicato de potasio o de sodio debe estar presente en una cantidad que de alrededor del 1% a alrededor del 15% de SiO<sub>2</sub> basados en el peso del material polifen31lico. El paraformaldehído debe estar presente en una cantidad que de un contenido de formaldehído disuelto de alrededor de 0,5 a alrededor del 5% basados en el peso del material polifen31lico, y el 31cido sulf31mico debe ser suficiente para establecer el pH dentro del margen de alrededor del 0,5 a alrededor del 6 para la cantidad de catal31tico hecha a partir del paquete de componentes m31ltiples.

Los materiales polifen31licos adecuados se obtienen por la extracci31n de pinabeto occidental, de abeto Douglas, abeto blanco, abeto Sitka y pino ama-



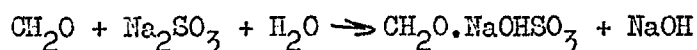
18

rillo meridional (pinus echinata, taeda, carihea, ellio-  
tti y var. rígida. serotina), también el quebracho, la  
mimosa y otros árboles que contengan tanino o cortezas  
con soluciones acuosas de hidróxidos de sodio, amonio, y  
5 potasio. El margen de temperaturas de extracción adecuado  
varía de la temperatura ambiente a alrededor de 185°C y  
los tiempos de extracción de 15 a 240 minutos, dependien-  
do de la concentración del álcali y de las otras condi-  
ciones usadas. Unos materiales polifenólicos particular-  
10 mente útiles pueden prepararse a partir de cortezas se-  
gún los métodos de las patentes de Estados Unidos de  
América números 2.781.241, 2.819.295 y 2.823.223. Cuando  
el material polifenólico es un tanino vegetal, solamente  
pueden utilizarse el catecín o los taninos condensados  
15 como los extraídos del quebracho, el mangle, la mimosa y  
el zarzo. Los taninos galo o hidrolizables como los ex-  
traídos del castaño, Myrobalán y Divi-divi no están in-  
cluidos puesto que no pueden convertirse en gel satisfac-  
toriamente en las condiciones de consolidación en tiem-  
20 po limitado. La utilidad de los taninos como la de los  
extractos de cortezas, está basada en una combinación de  
reactividad de formaldehído, la rapidez de conversión en  
gel, y la solubilidad en soluciones alcalinas. La velo-  
25 cidad de conversión en gel de los materiales polifenóli-  
cos con formaldehído depende de su constitución química,  
La reactividad de formaldehído puede determinarse con la  
prueba siguiente: En un recipiente de 500 ml se mezclan  
una muestra pesada con precisión (alrededor de 20g) de  
material polifenólico y aproximadamente 300 ml de agua.  
30 El pH de la solución se ajusta a 9,5 añadiendo gota a



gota 5-10% de hidróxido de sodio o de ácido hidroclo-  
rídrico según se precise. La solución se lava en un frasco  
volumétrico de 500 ml y se añaden 25 ml de formaldehido  
al 37%. El agua se añade a continuación hasta alcanzar  
los 500 ml.

Se hace una determinación añadiendo 25 ml  
de formaldehido al 37% a un frasco volumétrico de 500 ml  
y diluyéndolo a este volumen con agua. cinco ml de esta  
solución se añaden a 50 ml de agua y 10 ml de solución  
de sulfito de sodio al 10%. Esta solución se gradúa a un  
pH de 9,5 con 0,1N de ácido hidroclo-  
rídrico. La reacción  
es la siguiente:



Mediante esta graduación se calcula la concentración ini-  
cial de formaldehido.

Después de 4 horas, una muestra de 5 ml  
de la solución original se saca, se diluye con 50 ml de  
agua y se ajusta a pH 7 con ácido hidroclo-  
rídrico 0,1N. A esta solución se añaden 10 ml de solución de sulfito  
de sodio al 10% y se gradúa con ácido hidroclo-  
rídrico 0,1N a un pH de 9,5. De este valor se calcula el formal-  
dehido que queda después de cuatro horas.

El formaldehido que se ha condensado con  
el extracto de corteza se determina restando el formal-  
dehido encontrado en la muestra de cuatro horas del que  
se ha encontrado en la primera. Este se expresa en gra-  
mos de formaldehido por 100 g de material de corteza se-  
co y sin polvo.

El método anterior de determinación del

18 JUN



formaldehido fue descrito por Lemme, Chem.Ztg. 27, 896 (1903).

En la tabla siguiente se relacionan algunas reactividades de formaldehido de extractos de cortezas alcalinas.

5

	Especies	Reactividades de formaldehido	
		NaOH Extracto	NH <sub>3</sub> Extracto
10	Pinabeto occidental	8,4	7,4
	Abeto Douglas	6,4	6,6
	Abeto Sitka	6,0	7,4
	Abeto blanco	6,6	5,3
	Pino amarillo meridional	6,0	7,5

15

A continuación se ilustrará el invento con los siguientes ejemplos que constituyen sus realizaciones preferidas.

20

#### EJEMPLO I

25

Se preparó una solución catalítica de metasilicato de sodio acidificado vertiendo lentamente la solución A en la solución B con un movimiento moderado. La solución A se preparó disolviendo 20 libras de gránulos de metasilicato de sodio y 20 libras de polvo de paraformaldehido, en ese orden, en 20 galones de agua. La solución B se preparó disolviendo 20 libras de cristales de ácido sulfámico en 20 galones de agua. La concentración de metasilicato de sodio fue del 5% en peso, y la solución catalítica mezclada tenía un pH de alrede-

30

12.6.70

380129

18 JUN



dor de 2.

Una solución del 20% en peso, C, de material polifenólico vegetativo, que comprendía extracto caústico de pinabeto se mezcló con un extracto comercial de madera de quebracho, y se preparó disolviendo 400 libras de los extractos sólidos mezclados en 180 galones de agua. El extracto de pinabeto se obtuvo tratando en un autoclave corteza de pinabeto occidental, hidróxido de sodio y agua en unas proporciones de 100 partes de corteza, 9 partes de hidróxido de sodio y agua suficiente para formar una carga total de 530 partes. La carga se calentó rápidamente a 100°C agitándola y se mantuvo a esta temperatura durante 30 minutos y se pasó por una malla de 40 por 60 y se comprimió el residuo sólido. La solución de extracto se aclaró, se concentró a alrededor del 30% total de sólido por evaporación y se secó por pulverización. Se obtuvo un material polifenólico alcalino de color oscuro, soluble en el agua en una cantidad bruta de 37% basado en el peso de la corteza original.

Los catalíticos preparados A-B y la solución polifenólica C se bombearon separadamente a través de un dispositivo de inyección de la mezcla en una caja de arena de 4'x 4'x 6', que contenía arena suelta de construcción. Se utilizó una velocidad de bombeo de uno a dos galones por minuto para la solución polifenólica y la reacción se controló mediante medida. Se utilizó una boquilla de mezcla en forma de Y para mezclar el polifenólico C y las soluciones catalíticas A-B inmediatamente antes de introducir la porción principal de la operación de consolidación. Se mantuvo una relación en volumen de uno a cin-

12.6.70

- 13 -

380129

18 JUN



5 co entre las soluciones de polifenólicos y catalíticas a lo largo de la operación. Con esta relación de mezcla particular, y con una temperatura ambiente de alrededor de 20°C el tiempo de formación de gel fue de alrededor de 10 minutos. El bloque de arena que se consolidó con este sistema demostró tener una buena resistencia a la intemperie no sólo en condiciones de humedad, sino también seco y con ciclos de helada/deshielo.

10 Las pruebas de resistencia de gel hechas en laboratorio para esta misma composición dieron unos resultados que indicaban que este sistema específico producía una resistencia neta de gel de 26 psi y una resistencia de gel de impregnación de 1.100 psi para arena consolidada de 80 y 24 horas después de la mezcla.

15 Otras dos pruebas de laboratorio mostraron que el gel preparado mediante este sistema catalítico tenía una resistencia al agua excelente. Se hizo una prueba sumergiendo el gel en agua e inspeccionando el gel regularmente durante una semana. No se observó prácticamente variación de la forma ni de la calidad del gel después  
20 de una ligera difusión del material polifenólico en el agua.

25 El otro experimento se hizo preparando un gel de aproximadamente una pulgada de espesor en el centro de una capa de arena seca de un pie en el fondo de una columna de agua de 7 pies en un tubo de cristal de 3 pulgadas de diámetro interior. No se notó ninguna filtración de agua durante dos meses después de la preparación del gel. La columna de agua tenía una velocidad de  
30 pérdida de aproximadamente 500 pies cúbicos de agua por

18 JUN



pie cuadrado de sección por día sin la capa de gel.

EJEMPLO 2

5 Se preparó un catalítico de silicato de sodio acidificado con ácido sulfúrico en vez de con ácido sulfámico, mezclando dos soluciones juntas, que se habían preparado separadamente de la forma siguiente: (1) se disolvieron 10 gramos de metasilicato de sodio en 80 milímetros de agua (solución A), y (2) 3 mililitros de ácido sulfúrico concentrado se añadieron a 80 mililitros de agua (solución B). Al mezclarlo, la solución A se mezcló con la solución B mediante agitación para prevenir la posible formación de gel. Se añadieron 40 mililitros de solución de formaldehído al 37% a la solución de metasilicato de sodio acidificado. El pH de la solución catalítica final fue de 5. La solución tenía un aspecto claro, como agua, y su concentración de ingredientes activos fue de aproximadamente 5% en peso.

20 Se preparó una solución del 20% en peso del material polifenólico alcalino descrito en el ejemplo 1 disolviendo 270 gramos de material en un litro de agua.

25 Las mismas pruebas de laboratorio que las del ejemplo 1 demostraron que no había prácticamente diferencia entre el ejemplo 1 y éste en el tiempo de gel, resistencia del gel y la excelente resistencia al agua del gel, utilizando la misma relación de mezcla entre las soluciones polifenólicas y catalíticas del ejemplo 1.

EJEMPLO 3

30 Se preparó una solución del 25% en peso de

12.6.70

380129

18 JUN



material polifenólico vegetativo que comprendía únicamente extracto de corteza de pinabeto descrito en el ejemplo 1, disolviendo 362 gramos del material polifenólico en un litro de agua.

5                   Se preparó una solución de silicato de sodio acidificada utilizando la misma secuencia y la misma cantidad de componentes químicos que en el ejemplo 2 excepto en que se utilizaron 20 gramos de metasilicato de sodio y 6 mililitros de ácido sulfúrico concentrado.

10                   Con una relación de volúmenes de siete a uno de soluciones polifenólica y catalítica tienen un tiempo de formación de gel de alrededor de 20 minutos a temperatura ambiente, La resistencia del gel fue de 10,4 y la resistencia del gel en arena consolidada fue de 900 psi  
15 24 horas después de la preparación del gel. La misma inmersión en agua que la del ejemplo 2 reveló que el gel preparado en este ejemplo era bueno, pero que tenía una resistencia al agua algo menor que la de los gel preparados en los ejemplos 1 y 2.

20

#### EJEMPLO 4

Se preparó una solución catalítica de silicato de sodio al 10% disolviendo 60 libras de metasilicato de sodio en 49,5 galones de agua y añadiendo luego 12  
25 galones de solución de formaldehído al 37% después de que se hubiera disuelto totalmente el silicato de sodio. La solución era ligeramente turbia y tenía un pH de alrededor de 12.

30                   Se preparó una solución de 25% en peso disolviendo 500 libras del material polifenólico vegetativo des-



crito en el ejemplo 1 (con un contenido en polvo del 6%) en 165 galones de agua.

5 Se hizo una prueba de consolidación bombeando las dos soluciones anteriores en una proporción en volumen de 5 a 1 entre las soluciones polifenólica y catalítica en un cajón con arena. El tiempo de gel fue muy corto, 3 minutos, a temperatura ambiente de alrededor de 20°C. No se encontraron dificultades durante la operación de consolidación. Este sistema catalítico no desarrolló casi aumento de la viscosidad después de la mezcla hasta 10 que se llegó a las proximidades del punto de gel.

Las pruebas de laboratorio hechas en el gel de esta composición indicaron una resistencia neta del gel de 32 psi y de 1.600 psi del gel consolidado con arena de 80 después de 24 horas a partir de la mezcla. 15

La misma prueba de inmersión en agua del ejemplo 1 demostró que este sistema alcalino producía un gel neto que tenía menor resistencia al agua como se indicaba por una pérdida considerable del gel de la superficie por disolución durante el período de una semana. Sin embargo, pequeños bloques de arena consolidados mediante este procedimiento catalítico se mantuvieron al aire en las condiciones interiores del laboratorio sin mostrar ningún síntoma de desmenuzamiento lo que indica 20 una estabilidad excepcional en condiciones secas. 25

#### EJEMPLO 5

Se preparó una solución catalítica de silicato de sodio acidificado en la misma forma que se ha descrito en el ejemplo 2. 30

12.6.70

**380129**

18 JUN



5 Se preparó una solución polifenólica al 25%  
disolviendo 356 gramos del material polifenólico descrito  
en el ejemplo 3 en un litro de agua. La solución polife-  
nólica se mezcló con un volumen igual de emulsión asfál-  
tica aniónica, Bitumuls-DM-1, un producto de Chevron Che-  
mical Company, que tenía un contenido sólido de aproxima-  
damente el 60% en peso.

10 El gel formado mezclando un volumen del sili-  
cato de sodio acidificado y cinco volúmenes del asfal-  
to polifenólico era muy resistente al agua y algo elás-  
tico. El tiempo de gel era aproximadamente de 15 minutos  
a 75°C. La prueba de la columna de agua del ejemplo 1 de-  
mostró que no había pérdida de agua durante 4 semanas.

15 La mezcla de asfalto polifenólico es más re-  
sistente a la intemperie que la solución polifenólica so-  
la y se utiliza más económicamente en ciertos usos que  
la emulsión asfáltica sola, tal como en los tratamientos  
para firmes de carreteras y canales.

20 EJEMPLO 6

Se preparó una solución catalítica de sili-  
cato de sodio al 10% disolviendo 20 gramos de metasilica-  
to de sodio y 20 gramos de paraformaldehído en 160 mili-  
litros de agua.

25 Se preparó una solución polifenólica al 20%  
disolviendo 264 gramos del material polifenólico descrito  
en el ejemplo 1 en un litro de agua. Dos volúmenes de la  
solución polifenólica se mezclaron con un volumen de emul-  
sión asfáltica catiónica, Bitumuls SK-1, producto de  
30 Chevron Chemical Company, y de la que el contenido sólido

**380129**



era de aproximadamente el 60%. Una relación de volúmenes de mezcla de siete a uno entre la mezcla asfáltica polifenólica y la solución catalítica dieron aproximadamente un tiempo de gel de 10 minutos.

5 El gel formado era muy resistente al agua. Las mismas pruebas del ejemplo 1 dieron como resultado 23 psi respectivamente.

10 La mezcla de asfalto polifenólico es más resistente en seco que la solución polifenólica formada por gel sola y es más económica y se utiliza más adecuadamente que la emulsión asfáltica sola. También la mezcla es más resistente a los cambios de helada/deshielo y a los ciclos meteorológicos.

15 EJEMPLO 7

Se preparó una solución catalítica de silicato de sodio acidificado en la misma forma que se indica en el ejemplo 1.

20 Se preparó una mezcla de Bentonita polifenólica disolviendo 46 libras del material polifenólico descrito en el ejemplo 1 en 30 galones de agua, resultando una concentración en peso polifenólica del 15%. Se añadieron cuatro galones de arcilla de Bentonite en volumen a la solución polifenólica.

25 La mezcla y el catalítico se bombearon juntos a un suelo arenoso saturado de agua de prueba. El tiempo de gel fue de aproximadamente 25 minutos a una relación de bombeo de ocho a uno entre la mezcla y la solución catalítica. La capa de gel consolidada en la tierra se  
30 vio que constituía un bloqueo completo para las filtracio-

18 JUN



nes de agua.

5 La mezcla de arcilla polifenólica se establece y detiene el agua más rápidamente que la arcilla sola y permanece en su sitio más permanentemente. También es más económica de colocación que el material polifenólico formado gel sólo.

EJEMPLO 8

10 Se preparó una solución catalítica de silicato de sodio al 10% y polifenólica al 20%, en la misma forma que la descrita en el ejemplo 6. Se añadió una parte de cemento Portland a cuatro partes de la solución polifenólica al 20% y se mezclaron completamente.

15 La mezcla de solución polifenólica y cemento se combinó con solución catalítica de silicato de sodio al 10% en una relación de 5 a 1. El gel obtenido demostró una resistencia de gel mejorada, 33 psi a las 24 horas después de la mezcla. El gel resultante era más resistente al agua que en el caso de catalítico de silicato alcalino.

20 La mezcla de cemento polifenólico da una formación más rápida que el cemento solo y tiene una resistencia permanente mayor que el material polifenólico formado en gels solo.

25 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 28 de mayo de 1969, bajo el Nº 828.698, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

380129



## REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

5                   1.- Un método para producir una estructura consolidada que comprende la formación de una solución base acuosa que contiene (a) de alrededor del 5% a alrededor del 40%, basados en peso, de material polifenólico vegetal seleccionado del grupo formado por el catecín y el tanino de tipo condensado y extractos alcalinos de cortezas de árboles coníferos y una solución acuosa de fijación catalítica que contiene (b) una cantidad de silicato de sodio o de potasio que tiene una relación de peso de  $\text{SiO}_2$  a óxido de metal alcalino de alrededor de 1,0 a alrededor de 3,8, suficiente para dar de alrededor de 1,0% a 15% de  $\text{SiO}_2$  basado en el peso de dicho material polifenólico, y mezclando secuencialmente, inyectando y distribuyendo dichas soluciones en materiales constituidos por partículas para formación de gel in situ en una base de tiempo controlado de dicha solución mezclada en dicho material constituido por partículas para formar una estructura consolidada.

10

15

20

2.- Un método como el del punto 1 que además comprende la disolución en la solución catalítica, antes de mezclarla con la solución polifenólica y distribuirla,

12.6.70

380129

26 SET



de alrededor de 0,5% a alrededor de 5% de formalde-  
hído basado en el peso de dicho material polifenóli-  
co.

5

3.- Un método como el del punto 2 que -  
además comprende la disolución en la solución cata-  
lítica, antes de la mezcla con la solución polifenóli-  
ca y la distribución, de una cantidad suficiente de  
ácido fuerte para establecer el pH de dicha solución  
catalítica dentro del margen de alrededor de 0,5 a  
alrededor de 6,0.

10

4.- Un método como el del punto 3 que además  
comprende la dispersión de un material auxiliar en  
una de dichas soluciones antes de su mezcla y distri-  
bución, siendo dicho material asfalto, arcilla, ce-  
mento hidráulico o amianto.

15

5.- UN METODO PARA PRODUCIR UNA ESTRUCTURA  
CONSOLIDADA.

Tal y como se ha descrito en la Memoria  
que antecede y para los fines que se han especifica-  
do.

20

Esta Memoria consta de veintidós hojas es-  
critas a máquina por una sola cara.

Madrid, 26 SET. 1972

P.A.

Alberto de Elizaburu  
Por Poder.

380129

23.9.72

JGA.