

7-2-70

382859

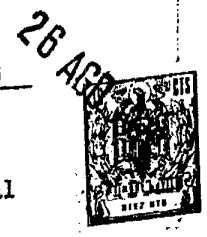
P.- 45.606

Nº 8334

U.S. Serial

Nº 851.734

Case 575



**Memoria descriptiva**

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLAS. B-65 F-17
SUBCLASE D D

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de JOSEPH JOHN PACKO,

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 3600 North Federal Highway, Fort Lauderdale,  
Florida, Estados Unidos de América,

por: "UN METODO DE CERRAR HERMETICAMENTE RENDIJAS EN UN RECIPIENTE  
Y SIMILARES"

(Clase internacional C09k y B65d)

382859

26 AGO.



Esta invención se refiere al cierre hermético de fugas o rendijas en tubos, conductos, recipientes cerrados, tanques, y sistemas cerrados adaptados para contener fluidos en su interior, y a los que de aquí en adelante se hará referencia generalmente como un "recipiente".

La invención está particularmente adaptada para cerrar herméticamente o sellar fugas en sistemas de tubería enterrados bajo tierra, usados para conducir gas combustible, y también para sellar fugas en conductos eléctricos y telefónicos que contienen nitrógeno u otro gas inerte bajo presión.

La presente invención proporciona el método para sellar fugas en un recipiente y similares, adaptados para contener un fluido en su interior, que comprende los pasos de llenar dicho recipiente con una composición sellante que contiene un compuesto volátil alquilometálico y un compuesto volátil de organosilano, aplicar presión sobre el interior de dicho recipiente suficiente para permitir el escape de dicha composición sellante, desde la fuga presente en dicho recipiente hacia el medio ambiente y por un período de tiempo suficiente para formar un sello sólido en lugar de la fuga.

La presente invención también proporciona el método para sellar fugas en un recipiente y similares, adaptados para contener un fluido en su interior, que comprende los pasos de purgar el interior de dicho recipiente con un gas inerte seco, llenar dicho recipiente con un gas inerte mezclado con una composición sellante la cual composición contiene un compuesto volátil alquilometálico y un compues



to volátil de organosilano, aplicar presión sobre el interior de dicho recipiente suficiente para permitir el escape de dicha composición sellante desde la fuga presente en dicho recipiente durante un período de tiempo suficiente para reaccionar con oxígeno o con la humedad presente para formar un sello sólido en el lugar de la fuga.

La presente invención también proporciona una composición sellante para sellar una fuga en un recipiente al momento en que se produce un escape en el mismo y reaccionar con oxígeno o con la humedad presente en el lugar de la fuga que contiene un compuesto volátil alquilometálico y un compuesto volátil de organosilano.

La presente invención también proporciona una composición sellante para sellar una fuga en un recipiente al escapar desde el mismo y reaccionar con oxígeno o humedad presente en el lugar de la fuga, que consiste de un gas inerte seco que contiene una mezcla volatilizada de un compuesto alquilometálico y un compuesto de organosilano.

De acuerdo a esta invención, se purga primero el interior del recipiente con un gas seco no reactivo, tal como nitrógeno, para remover la humedad y/o el oxígeno presentes. Se introduce entonces la composición sellante dentro del interior del recipiente, bajo presión, en forma gaseosa o en un vehículo gaseoso inerte adecuado. Cuando la composición sellante escapa a través de cualquier fuga existente en el recipiente, reacciona con el oxígeno y la humedad presentes en el sitio exterior del recipiente en el que existe la fuga, y forma un producto sólido.

382859

26 AGO



lido in situ, que sella la fuga. La composición sellante  
consiste esencialmente de (1) un compuesto volátil metal  
alquilo y (2) un compuesto volátil silano orgánico. Estas  
composiciones sellantes se introducen en el recipiente en  
5 un gas vehículo no reactivo, tal como hidrógeno, helio o  
nitrógeno, en cantidad tal que bajo el escape del gas mez  
clado desde una fuga hacia la atmósfera, se producirá un  
sellado. Estos agentes sellantes son sustancias que se vo  
latilizan fácilmente y que se pueden mezclar con el gas  
10 vehículo inerte y llevarse junto con el gas dentro del re  
cipiente.

Los metal alquilos volátiles adecuados para la  
presente invención tienen la fórmula:  $MRR'$ , en la que M  
es zinc o cadmio, R y R' son una cadena alquilo lineal o  
15 ramificada, que tiene de 1 a 3 átomos de carbono, siendo  
R y R' idénticas o diferentes. Ejemplos específicos son  
zinc dimetilo, zinc dietilo, zinc etilo metilo, zinc me  
tilo propilo, zinc diisopropilo, y zinc dipropilo. Tambiér  
se puede usar los compuestos correspondientes cadmio al  
20 quilo, tales como cadmio dimetilo, etc.

Otros metal alquilos adecuados que también se  
pueden usar, tienen la fórmula:  $X(R)_3$ , en la que X es alu  
minio, indio, galio o talio, y R es una cadena alquilo -  
lineal o ramificada, que tiene de 1 a 3 átomos de carbono,  
25 siendo los alquilos idénticos o diferentes. Ejemplos de  
compuestos tales son aluminio trimetilo, aluminio trieti  
lo, aluminio metilo dietilo, aluminio dimetilo etilo, alu  
minio tripropilo, aluminio triisopropilo, y aluminio me  
tilo diisopropilo, y alquilos similares de galio, indio,  
30 o talio.



Los metal alquilos antes mencionados se pueden usar sencillamente o en mezclas de los mismos.

Los silanos orgánicos volátiles tienen la fórmula:  $R_{4-n}Si(OR')_n$ , en la que R y R' son una cadena lineal o ramificada de alquilo, que tiene de 1 a 3 átomos de carbono, siendo los alquilos idénticos o diferentes, y n es un entero de 1 a 4. Ejemplos específicos son silano trimetilo etoxi, silano dimetilo dietoxi, silano propilo trimetoxi, y silano diisopropoxi dimetoxi. Estos silanos volátiles pueden usarse sencillamente o en mezclas de los mismos con los metal alquilos volátiles previamente descritos.

Las proporciones de los metal alquilos volátiles y los silanos orgánicos volátiles se pueden variar a través de una amplia gama, dependiendo de las presiones parciales de vapor de los componentes volatilizados específicos. En general, las proporciones del compuesto metal alquilo pueden variar desde cerca de 1% a cerca de 99% por volumen, siendo el resto el compuesto silano orgánico. Se prefiere mantener la concentración metal alquilo debajo de 30% por volumen en la composición sellante, aunque se pueden usar concentraciones más altas, teniendo en mente que tales concentraciones más altas pueden resultar en composiciones pirofóricas que son difíciles de manejar. Además, ya que los silanos orgánicos son generalmente menos volátiles que los metal alquilos, una mayor cantidad de los silanos orgánicos resultará en una distribución más uniforme en el recipiente o en la línea de tubería, de los componentes de la composición sellante, debido a las diferencias en sus presiones de vapor. Las composiciones sellantes no son mezclas simples de los compuestos metálico-orgánicos.

382859

26 AGO



nicos, sino que en muchos casos sufren complicadas reacciones de intercambio para formar el producto sellante. Cuando dichos productos, así como cualquiera de los componentes originales escapa desde una fuga, reaccionarán con el oxígeno o la humedad presentes en el sitio de la fuga, para formar productos sólidos complejos que sellan la fuga. También en el caso de tuberías o recipientes enterrados en el suelo, las composiciones sellantes que escapan reaccionarán con el oxígeno o la humedad presentes en el suelo en el lugar de la fuga, y formarán un sello sólido, en tanto que al mismo tiempo, el suelo adyacente al sello sólido, proveerá una matriz de refuerzo para el sello.

Como se estableció previamente, la concentración de los dos componentes sellantes volátiles usados y la presión del gas vehículo usado, se pueden variar a través de una amplia gama, dependiendo de los componentes específicos usados, la naturaleza y tamaño de las fugas que van a sellarse, y las condiciones ambientales del recipiente particular, y similares. El tiempo de flujo de la composición sellante también se puede variar grandemente con objeto de sellar las fugas existentes.

Si se desea, las composiciones sellantes se pueden suministrar al usuario en recipientes o cilindros, mezcladas en las proporciones requeridas para operaciones de sellado específicas. Las composiciones se pueden introducir dentro del recipiente o similar por medios adecuados en cantidades controladas o dosificadas, después que el recipiente se ha purgado y secado previamente con un gas inerte. El gas inerte y la composición sellante añadida,



se mantienen a una presión adecuada durante un periodo de tiempo suficiente para sellar cualquier fuga presente. También, si se desea, se puede suministrar al usuario un recipiente adecuado que tenga un gas inerte y los agentes sellantes seleccionados mezclados dentro del mismo en proporciones adecuadas, los que se pueden introducir directamente dentro del recipiente o similares. También, si se desea, se pueden introducir los componentes específicos de la composición sellante, en condición volatilizada, -  
5  
10  
separadamente, en cantidades controladas dentro del recipiente o similar, en el cual se halle presente el gas inerte bajo presión adecuada.

15

Modalidades ilustrativas de la Invención

EJEMPLO I

Un tramo de tubo de acero (de 2130 mm de largo y 19 mm de diámetro) se taladró con un agujero de 3mm para simular una fuga. El tubo de prueba se enterró bajo 762 mm de suelo de arcilla greda de 6,3% de contenido de humedad. Un extremo del tubo se conectó a una línea de alimentación controlada por válvula, conectada a una fuente de nitrógeno gaseoso seco para purgar el tubo de cualquier humedad u oxígeno, y también como gas portador inerte para la composición sellante. La línea de nitrógeno -  
20  
25  
estaba también conectada a un recipiente burbujeador que contenía la composición líquida sellante. Se conectaron también indicadores y monitores de presión y flujo en la  
30

7-382859

26 AGO



línea de alimentación. El otro extremo del tubo de prueba estaba conectado a una línea de salida con válvula hacia un calibrador de presión y un registrador de presión. Se purgó primero el tubo de prueba con una corriente de nitrógeno gaseoso seco, para remover el oxígeno y la humedad. Se colocó en un burbujeador una mezcla líquida de - 20% de zinc dietilo, y 80% de silano tetraetoxi, por volumen, y se pasó nitrógeno a través de la solución, a temperatura ambiente y a presión de 0,0703 kg/cm<sup>2</sup>. Se pasó el nitrógeno gaseoso llevando los vapores del zinc dietilo y el silano tetraetoxi volatilizados hacia el tubo de prueba hasta que se obtuvo un sello. Se hizo un sello efectivo después de un período de 68 horas, en el que la relación inicial de flujo fué de 1.416 m<sup>3</sup>/hr. a una presión de 0,0703 kg/cm<sup>2</sup>. Se mantuvo la presión constante, y la velocidad de flujo disminuyó al tener lugar el sellado. Se hizo una prueba final para determinar la efectividad del sellado, aumentando la presión del nitrógeno en el sistema a 7,03 kg/cm<sup>2</sup> por un período de 24 horas. No se indicó ninguna fuga por medio del medidor de flujo.

#### EJEMPLO 2

Se colocó una mezcla de 20% de zinc dietilo y 80% de silano dimetilo dietoxi, por volumen, en el aparato descrito antes en el Ejemplo 1, y se pasó gas Nitrógeno a través de la solución por un período de 192 horas. El contenido de humedad del suelo era de 6,2%. Al final de este período se obtuvo un sello que, al probarse, no mostró fuga a una presión de 7,03 kg/cm<sup>2</sup> manométrica, por

7:34:382859

26 AGO



un periodo de 24 horas, según lo indicó el medidor de flujo.  
jo.

EJEMPLO 3

5

Se colocó una mezcla de 20% de zinc dietilo y 80% de silano n-propilo trimetoxi, por volumen, en el aparato descrito en el Ejemplo 1, y se pasó gas nitrógeno a través de la solución por un periodo de 216 horas. El contenido de humedad del suelo era de 6,2%. Al final de este periodo se obtuvo un sello el que, bajo prueba a 7,03 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, no dio indicación de fuga en el medidor de flujo.

10

15

EJEMPLO 4

Se colocó una mezcla de 20% de zinc dietilo y 80% de silano diisopropoxi dimetoxi, por volumen, en el aparato descrito en el Ejemplo 1, y se pasó gas nitrógeno a través de la solución por un periodo de 190 horas. El contenido de humedad del suelo era de 3,6. Al final de este tiempo se obtuvo un sello que bajo prueba a presión de 7,03 kg/cm<sup>2</sup> manométrica por 24 horas, no dió indicación de fuga por medio del medidor de flujo.

20

25

EJEMPLO 5

Se colocó una mezcla de 20% de aluminio trietilo y 80% de silano tetraetoxi, por volumen, en el aparato descrito en el Ejemplo 1, y se pasó gas nitrógeno a través

30

382859

26 AGO.



de la solución por un período de 168 horas. El contenido de humedad del suelo era de 6,0%. Al fin de este periodo se obtuvo un sello que bajo prueba a presión de 0,422 kg/cm<sup>2</sup> manométrica, por 24 horas, no dió indicación de fuga por medio del medidor de flujo.

5

EJEMPLO 6

Se colocó una mezcla de 20% de aluminio trietil-  
lo y 80% de silano dimetilo dietoxi, por volumen, en el  
aparato descrito en el Ejemplo 1, y se pasó gas nitróge-  
no a través de la solución por un periodo de 190 horas.  
El contenido de humedad del suelo era de 6,2%. Al final  
de este periodo se obtuvo un sello que, bajo prueba a pre-  
sión de 4,22 kg/cm<sup>2</sup> manométrica, por 24 horas, no dió in-  
dicación de fuga por medio del medidor de flujo.

10

15

EJEMPLO 7

Se colocó una mezcla de 20% de aluminio trietil-  
lo y 80% de silano n-propilo trimetoxi, por volumen, en  
el aparato descrito en el Ejemplo 1, y se pasó gas nitró-  
geno a través de la solución por un periodo de 210 horas.  
El contenido de humedad del suelo era de 6,2%. Al final  
de este periodo, se obtuvo un sello que, bajo prueba a -  
presión de 4,22 kg/cm<sup>2</sup> manométrica, por 24 horas, no dió  
indicación de fuga por medio del medidor de flujo.

20

25

EJEMPLO 8

Se colocó una mezcla de 20% de zinc dietilo y

30



80% de silano trimetil etoxi, por volumen, en el aparato descrito en el Ejemplo 1, y se pasó gas nitrógeno a través de la solución por un periodo de 190 horas. El contenido de humedad del suelo era de 6,2%. Al final de este tiempo, se obtuvo un sello que, bajo prueba a presión de 7,03 kg/cm<sup>2</sup> manométrica, por 24 horas, no dió indicación de fuga por medio del medidor de flujo.

#### EJEMPLO 9

Se colocó una mezcla de 5% de zinc dietilo y 95% de silano tetraetoxi, por volumen, en un burbujeador, y se pasó gas nitrógeno a través de la solución, a temperatura ambiente, a presión de 0,0703 kg/cm<sup>2</sup>. El gas nitrógeno portador, conteniendo los vapores de zinc dietilo y silano tetraetoxi, se pasó a un tubo que estaba enterrado bajo la superficie del suelo. Un agujero de 3 mm taladrado, simulaba una fuga. El suelo era arcilla greda, con contenido de 6,3% de humedad.

Se pasaron los vapores de la composición sellante anterior dentro del tubo hasta que se obtuvo un sellado. Se formó un sello efectivo después de un periodo de 24 horas en el que la velocidad inicial de flujo fué de 1,416 m<sup>3</sup>/hr a presión de 0,0703 kg/cm<sup>2</sup> manométrica. Se mantuvo constante la presión y descendió la velocidad de flujo hasta que el sello tuvo lugar. Se efectuó una prueba final para determinar la efectividad del sello aumentando la presión del nitrógeno dentro del sistema a 7,03 kg/cm<sup>2</sup> manométricos por un periodo de 24 horas. No se indicó fuga por medio del medidor de flujo.

382859

26 AG



Ventajas

La presente invención está adaptada particularmente para sellar fugas ocasionadas por corrosión en líneas de tubería enterradas en el suelo, así con en las juntas de las mismas. En los casos en que por ejemplo, las juntas de espiga y campana están empacadas con yute repicado u otros materiales fibrosos, estos tienden a secarse y causan fugas especialmente cuando las tuberías se usan para conducir gas natural combustible que es extremadamente seco. Las líneas de gas combustible enterradas bajo piso en las ciudades están sujetas también al asentamiento y vibración terrestres ocasionados por vehículos y camiones del tránsito callejero, lo que produce fugas en las juntas. La reparación de tales fugas es sumamente costosa por que deben exponerse secciones de la tubería de gas por la excavación del suelo superpuesto para tener acceso a las juntas en fuga para resellarlas. De acuerdo a la presente invención, se eliminan completamente las excavaciones. Se seca primero la sección de la tubería en la que existe la fuga, internamente por el paso de una corriente de gas seco tal como el nitrógeno. Se alimenta entonces la composición sellante en un gas vehículo adecuado a través de esta sección de la tubería por un tiempo suficiente para sellar la fuga. Las composiciones sellantes de la presente invención, bajo escape desde las fugas en dichas tuberías subterráneas, reaccionan con la humedad y el oxígeno presentes en el sitio de la fuga hasta formar un producto sólido, complejo, de reacción, y al mismo tiempo, el suelo adyacente provee una matriz de refuerzo para el se-

26 AGO



110. Tales sellos son impermeables al gas combustible y son lo bastante fuertes para resistir altas presiones.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 20 de Agosto de 1.969, bajo el número 851.734, se acoge a los beneficios del artículo 51 del Vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

### REIVINDICACIONES

15

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

20

1.- Un método de cerrar herméticamente rendijas en un recipiente y similares, adaptados para contener flujos en su interior, que comprende los pasos de llenar dicho recipiente con una composición sellante y aplicar presión en el interior de dicho recipiente, lo suficientemente alta para permitir el escape de dicha composición sellante a través de la fuga presente en dicho recipiente hacia el medio ambiente, y por un periodo de tiempo suficiente para formar un sello sólido en el sitio de la fuga, estando caracterizada la mejora en que la composición sellante

25  
30

22-8-70

382859

26 AGO. 1970



comprende un compuesto volátil metal alquilo y un compues  
to volátil silano orgánico.

2.- El método de acuerdo a lo reivindicado en  
la cláusula 1, estando caracterizada la mejora además en  
5 que dicha composición sellante se introduce mezclada con  
un gas vehículo inerte a la misma.

3.- Un método mejorado, de acuerdo con la rei-  
vindicación 1, estando caracterizada la mejora adicional-  
mente por que el interior de dicho recipiente se purga -  
10 primero para remover del mismo el aire y la humedad.

4.- Un método de acuerdo con la reivindicación  
3, estando caracterizada la mejora adicionalmente en que  
la purga se lleva a cabo por desplazamiento de dicho gas  
inerte.

15 5.- Un método de acuerdo con cualquiera de las  
reivindicaciones 1 a 4, estando la mejora caracterizada  
adicionalmente en que el metal alquilo volátil es un metal  
alquilo volátil que tiene la fórmula:  $MRR'$ , en la que M es  
Zinc o Cadmio, y R y R' son una cadena de alquilo, lineal  
20 o ramificada que tiene de 1 a 3 átomos de carbono, siendo  
los alquilos idénticos o diferentes; o un metal alquilo -  
volátilo que tiene la fórmula:  $X(R)_3$ , en la que X es Alu-  
minio, Galio, Indio, o Talio, y R es una cadena alquilo -  
lineal o ramificada, que tiene de 1 a 3 átomos de carbono,  
25 siendo los alquilos idénticos o diferentes; y el compues-  
to volátilo silano orgánico tiene la fórmula:  $R_{4-n}Si(OR')_n$   
en la que R y R' es una cadena alquilo lineal o ramificada  
que tiene de 1 a 3 átomos de carbono, siendo los alquilos  
R' idénticos o diferentes, y n es un entero de 1 a 4.

30 6.- Un método de acuerdo con cualquiera de las

382859

27 JUL



reivindicaciones 1 a 5, estando caracterizada la mejora  
adicionalmente por que la composición sellante comprende  
zinc dietilo y cualquiera de los silano tetraetoxi, sila-  
no dimetil dietoxi, silano n-propilo trimetoxi, silano -  
diisopropoxi dimetoxi, o silano trimetil etoxi.

5

7.- Un método de acuerdo con cualquiera de las  
reivindicaciones 1 a 5, estando caracterizada la mejora  
adicionalmente por que la composición sellante comprende  
aluminio trietilo y cualquiera de los silano tetraetoxi,  
silano dimetil dietoxi, o silano n-propil trimetoxi.

10

8.- Un método de cerrar herméticamente rendijas  
en un recipiente y similares.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-  
tecede, y para los fines que se han especificado.

15

Esta Memoria consta de quince hojas escritas a  
máquina por una sola cara.

27 JUL 1971

Madrid,

P.A.

Alberto de Eizaburu  
For Podary

17-7-71

LEG/