

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 881 963**

51 Int. Cl.:

C09K 17/12 (2006.01)

C04B 28/26 (2006.01)

E02D 3/12 (2006.01)

C04B 111/00 (2006.01)

C04B 111/70 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.12.2018** **PCT/EP2018/085776**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.06.2019** **WO19121873**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.12.2018** **E 18833413 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.03.2021** **EP 3694955**

54 Título: **Procedimiento para producir un sellado en un material de suelo mediante inyección utilizando dióxido de carbono**

30 Prioridad:

20.12.2017 DE 102017130689

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
30.11.2021

73 Titular/es:

WÖLLNER GMBH (100.0%)
Wöllnerstrasse 26
67065 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:

WEISS, MATTHIAS;
LIND, JÖRG y
HENSEL, PETER

74 Agente/Representante:

CURELL SUÑOL, S.L.P.

ES 2 881 963 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para producir un sellado en un material de suelo mediante inyección utilizando dióxido de carbono

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un sellado en un material de suelo mediante la inyección de dióxido de carbono, así como también al uso de dióxido de carbono para este fin.

El terreno para construcción, ya sea para construcción industrial, construcción residencial, ingeniería civil o para infraestructuras, es un activo valioso. No obstante, también deben realizarse proyectos de construcción de cualquier tipo en lugares en los que realmente no existe un terreno adecuado para construir. En este caso, se deben realizar mejoras en el terreno. Los problemas surgen en particular cuando se excavan fosas de construcción por debajo del nivel freático. A continuación, dicha fosa de construcción debe sellarse con una base de sellado, normalmente mediante un procedimiento de inyección. Esta base de sellado forma una barrera esencialmente horizontal dentro de una fosa de construcción, que evita la entrada de agua subterránea. Las fosas de construcción a menudo presentan un sistema de cierre que rodea la fosa de construcción que discurre verticalmente, en particular en caso en el que el nivel freático se encuentre más elevado que la base de la fosa de construcción planificada, que también se conoce como fondo de la fosa de construcción. Pero para asegurar zonas contaminadas y vertederos también son necesarios los sellados, ya sea en forma de bases de sellado o, también, significativamente, de encapsulamiento, de modo que en el caso de un encapsulamiento completo se pueda hablar también de un sellado en forma de tarta. Básicamente, el término sellado, en el contexto de la presente invención, incluye cualquier tipo de sellado en un material de suelo por lo menos en un lado (por ejemplo, en forma de una base de sellado, en particular para la protección de aguas subterráneas, por ejemplo en un vertedero, o para evitar la entrada de las aguas subterráneas, por ejemplo en un foso de construcción), sino también en dos, tres o más lados, también en forma cerrada (encapsulamiento parcial o total) en ambas direcciones, dependiendo de la aplicación. La presente invención no se refiere a la consolidación del suelo en la que se introducen soluciones que contienen vidrio soluble o sol de sílice en el material de suelo, por ejemplo pulverizadas, para consolidar el material de suelo. Los denominados geles duros se producen en dichos procesos de consolidación del suelo para obtener una consolidación suficiente del material de suelo para poder exponerlo a las cargas necesarias y/o deseadas.

Se conocen una amplia diversidad de procedimientos para producir una base de sellado que discurre horizontalmente en material de suelo. Por ejemplo, en un procedimiento de inyección se puede introducir cemento en el material de suelo en una zona de suelo debajo de la base de una fosa de construcción. Como alternativa al cemento, también se conocen procedimientos de inyección en los que se forma un gel de barrera de agua, en particular un gel blando. Estos procedimientos pueden producirse, por ejemplo, a partir de soluciones a base de vidrio soluble o de sales de sílice. A este respecto, antes de la inyección con vidrio soluble o sol de sílice, se puede realizar una inyección de cemento para evitar que la base de gel, que generalmente se conoce como base de gel blando, flote junto con el material de suelo. En el caso de inyecciones de cemento, es particularmente desventajoso que se forme hidróxido de calcio corrosivo y fuertemente alcalino, con lo que se produce además el riesgo de aumentar el valor del pH del agua subterránea. A diferencia de las consolidaciones de suelos antes mencionadas, cuando se utilizan vidrios solubles en la fabricación de una base de gel blando, se utilizan aquellos que tienen un bajo contenido en sólidos, en particular un bajo contenido en dióxido de silicio. El contenido de dióxido de silicio en las composiciones para producir geles duros suele ser de aproximadamente el 15% en peso o superior, con respecto a la cantidad total de la composición generalmente acuosa utilizada para la formación de geles duros, y de aproximadamente el 10% en peso o inferior en las composiciones para producir geles blandos, también con respecto a la cantidad total de la composición generalmente acuosa utilizada para la producción de geles blandos.

El sellado por medio de una base de sellado a base de vidrio soluble se realiza generalmente con aluminato de sodio disuelto, que inicia la formación de gel real en el vidrio soluble. Por esta razón, dicha solución de aluminato de sodio se denomina generalmente reactivo, también conocido como endurecedor. Sin embargo, el valor del pH de una solución de vidrio soluble y aluminato de sodio es fuertemente alcalino y mucho más alto que el valor del pH normal del agua subterránea. Además, en particular, las autoridades exigen que accedan al agua subterránea cantidades cada vez más reducidas de aluminio. Por las razones mencionadas anteriormente, los proyectos de construcción correspondientes en algunas regiones de Alemania en los que está prevista una base de sellado a base de vidrio soluble mediante el uso de una solución de aluminato de sodio como reactivo o, si no, a base de cemento ya no se aprueban como medida de precaución para proteger el agua subterránea.

Para solucionar estos problemas, el documento DE 198 58 004 A1 propone proporcionar una mezcla formadora de gel no alcalina para sellar y consolidar suelos frente al flujo de agua en objetos de construcción e ingeniería civil, para sellar objetos de ingeniería empotrados en el suelo y para encapsular zonas contaminadas y vertederos, que consiste en vidrio soluble, agua, reactivo ácido, polielectrolito aniónico y aditivos. A este respecto, los valores del pH se establecen preferentemente en un intervalo comprendido entre 2 y 4. Como reactivo ácido se utiliza ácido sulfúrico concentrado. Sin embargo, la desventaja de este procedimiento es que, especialmente en suelos demasiado ácidos, la introducción de una solución ácida de este tipo intensifica la sobreacidificación, por lo que es probable que este proceso tenga aún más desventajas con respecto a la protección de las aguas subterráneas y el medio ambiente que el procedimiento conocido que utiliza una solución de aluminato de sodio como reactivo.

El documento DE 102 18 771 A1 propone un procedimiento para formar una base de sellado en forma de gel blando que no utiliza vidrio soluble sino sol de sílice. Se utilizan varias sales metálicas como reactivos. El valor del pH de la mezcla formadora de gel utilizada debe encontrarse en un intervalo entre 7 y 9. Sin embargo, la desventaja de utilizar una mezcla de este tipo a base de sol de sílice como medio de inyección es que las sales metálicas se lixivian con el tiempo y migran al agua subterránea, como es el caso con el uso de una solución de aluminato de sodio para endurecer un vidrio soluble. Además, el sol de sílice que se utiliza en este caso es un material de partida caro, ya que normalmente en primer lugar tiene que producirse utilizando un intercambiador de iones, por lo que es poco probable que el procedimiento propuesto en dicho documento sea económico.

El documento GB 2 063 337 A describe un procedimiento para inyectar vidrio soluble a presión utilizando dióxido de carbono gaseoso como único reactivo.

Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para producir un sellado que no presente las desventajas conocidas del estado de la técnica. A este respecto, es prioritaria la protección de las aguas subterráneas.

Este objeto se logra según la invención mediante un procedimiento para producir un sellado en un material de suelo mediante un dispositivo de inyección, en el que se hace reaccionar dióxido de carbono gaseoso y una solución acuosa que contiene vidrio soluble con por lo menos un reactivo seleccionado de entre un grupo que comprende éster metílico, éster etílico y/o éster propílico de ácido adípico, ácido málico, ácido ascórbico, ácido cítrico, ácido acético, ácido oxálico, ácido tartárico y ácidos dicarboxílicos, así como ésteres de ácido carboxílico con cadenas de hidrocarburo de 1 a 4 átomos de carbono y ésteres de ácido dicarboxílico con cadenas de hidrocarburo de 1 a 6 átomos de carbono, triglicéridos, ésteres de ácidos carboxílicos cíclicos, carbonato de propileno, triacetina o ésteres dibásicos, formándose un gel, en particular un gel blando. Es particularmente preferido un procedimiento para producir un sellado por inyección, en el que se introduce dióxido de carbono gaseoso a presión en una solución acuosa que contiene vidrio soluble y la mezcla se inyecta en un material de suelo por medio de un dispositivo de inyección, de modo que se forme una capa de gel. A este respecto, la introducción de dióxido de carbono gaseoso se realiza preferentemente antes del dispositivo de inyección y/o en el mismo. En una forma de realización alternativa del procedimiento según la invención, la solución acuosa que contiene vidrio soluble se inyecta en primer lugar en un material de suelo y, a continuación, el dióxido de carbono gaseoso. En una forma de realización alternativa adicional del procedimiento según la invención, el dióxido de carbono gaseoso se inyecta en primer lugar en un material de suelo en el que, por así decirlo, forma un depósito, y a continuación en la solución acuosa que contiene vidrio soluble. También son posibles combinaciones de las tres formas de realización alternativas citadas del procedimiento según la invención. El dióxido de carbono gaseoso se introduce o se inyecta preferentemente en el material de suelo o en la solución acuosa que contiene vidrio soluble a presión.

A diferencia de los procedimientos de inyección convencionales que utilizan, por ejemplo, una solución que contiene vidrio soluble que comprende una solución de aluminato de sodio como reactivo, en el procedimiento según la invención, para el mezclado de la solución de vidrio soluble con por lo menos un reactivo se puede prescindir de un mezclador activo, por ejemplo, uno con motor o uno que pueda operarse manualmente. Esto es debido a que mediante la introducción o inyección de dióxido de carbono gaseoso ya se obtiene una mezcla lo suficientemente uniformemente mezclada "por sí misma", de tal modo que se puede llevar a cabo fácilmente un proceso continuo para producir una base de sellado con el procedimiento según la invención. A este respecto, en la forma de realización preferida del procedimiento según la invención, puede estar previsto un tramo de mezclado pasivo o similar a través del cual la mezcla de dióxido de carbono gaseoso y la solución acuosa que contiene vidrio soluble se conduce al dispositivo de inyección, o, también, el tramo de mezclado pasivo se traslada al dispositivo de inyección o no está presente. En el caso del procedimiento conocido por el estado de la técnica, un mezclado activo de, por ejemplo, una solución que contiene vidrio soluble o una solución que contiene sol de sílice con los reactivos correspondientes siempre debe llevarse a cabo antes de la inyección, por ejemplo, mediante un mezclador accionado por motor. Este, preferentemente, se omite en el procedimiento según la invención. El dióxido de carbono gaseoso se puede introducir ventajosamente inmediatamente antes del dispositivo de inyección en la solución acuosa que contiene el vidrio soluble y/o incluso en el dispositivo de inyección y en la solución acuosa que contiene el vidrio soluble también introducida en el mismo. Como resultado, la formación de gel provocada por el dióxido de carbono gaseoso se inicia ventajosamente de forma tardía.

El procedimiento según la invención permite de manera ventajosa que se pueda mezclar solo la cantidad de solución que contiene vidrio soluble con dióxido de carbono que se necesite. Si surgen problemas con una inyección en un material de suelo, el procedimiento simplemente se puede detener y continuarlo después de que se hayan resuelto los problemas. Al realizar el procedimiento en un proceso de descarga preferentemente continuo, también se pueden minimizar las influencias de la temperatura ambiente, en particular si la producción de la solución acuosa que contiene vidrio soluble también se realiza de manera continua. Y finalmente, con cada inyección, se puede ajustar un denominado tiempo de vertido a las condiciones dadas (temperatura, humedad, etc.) en el sitio de construcción para que las inyecciones funcionen de manera más uniforme. Además, también se pueden establecer tiempos de vertido más cortos debido al inicio tardío de la formación de gel. Esto acorta el tiempo de contacto de la mezcla todavía líquida de la solución acuosa que contiene vidrio soluble con dióxido de

carbono gaseoso absorbido en la misma con el agua subterránea y el material de suelo circundante. El procedimiento según la invención se caracteriza por un alto grado de respeto al medio ambiente, ya que no se introducen en el suelo productos químicos adicionales tales como, por ejemplo, sales metálicas en forma de una solución de aluminato de sodio. De esta forma también es posible fijar dióxido de carbono, que es un gas de efecto invernadero, en el suelo. El gel que se puede formar con el procedimiento según la invención es un gel blando, en particular un gel blando elástico, que tiene menos sólidos en comparación con los geles duros. Por otra parte, esto distingue el procedimiento según la invención de los procedimientos de este tipo que sirven para consolidar el suelo. En dichos procedimientos, se inyecta en el material de suelo una mezcla que contiene vidrio soluble con un reactivo, que se mezcla con el material de suelo y lo consolida. Para este fin, los vidrios solubles utilizados a este respecto tienen un alto contenido de dióxido de silicio, superior al 15% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa que contiene el vidrio soluble con reactivo, etc., utilizada, con los que se forman geles duros para provocar un efecto de consolidación en el material de suelo. Por el contrario, el contenido de dióxido de silicio de los vidrios solubles que se pueden utilizar en el procedimiento según la invención es inferior a aproximadamente el 6% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa que contiene el vidrio soluble, que también puede contener otros aditivos o reactivos, de tal modo que se forma un gel blando.

Y finalmente, la mezcla de una solución acuosa que contiene por lo menos un vidrio soluble y dióxido de carbono gaseoso y el gel producido a partir de la misma presentan preferentemente un valor del pH que no se encuentra ni en el intervalo fuertemente alcalino ni muy fuertemente alcalino ni en el intervalo ácido y por lo tanto es respetuosa con el medio ambiente y respetuosa con el agua subterránea. El valor del pH de la mezcla se ajusta preferentemente en un intervalo comprendido entre aproximadamente 6,5 y aproximadamente 10,5, de forma más preferida de hasta aproximadamente 10, y de forma incluso más preferida en un intervalo comprendido entre aproximadamente 6,7 y aproximadamente 9,5. El valor del pH se determina inmediatamente, es decir, dentro de un periodo de como máximo de 5 minutos después de la preparación de la solución acuosa que contiene vidrio soluble y la adición completa del dióxido de carbono. Generalmente, aumenta o disminuye algo después de la producción; en el caso de un proceso de dos etapas, tal como se expone más adelante, disminuye significativamente al principio y posteriormente, después de entre 24 y 48 horas, se estabiliza en torno a un valor que corresponde esencialmente al valor del pH después de la adición completa del dióxido de carbono gaseoso.

En una forma de realización ventajosa del procedimiento según la invención, el, por lo menos un vidrio soluble contenido en la solución acuosa tiene un módulo molar en un intervalo comprendido entre aproximadamente 2,5 y aproximadamente 4,0, preferentemente en un intervalo comprendido entre aproximadamente 3,35 y aproximadamente 3,95.

En la medida en que el término "aproximadamente" o "esencialmente" se utilice con respecto a valores, intervalos de valores o términos que indican valores en la presente invención, el experto en la materia en cuestión comprenderá lo que como experto en la materia considere habitual en la contexto dado. En particular, las desviaciones de los valores, intervalos de valores o términos que indican valores especificados de +/-10%, preferentemente +/-5%, de forma más preferida +/-2%, están abarcados por el término "aproximadamente" o "esencialmente". En la medida en que en la presente invención se proporcionan diferentes intervalos para una información cuantitativa con respecto a los componentes y las definiciones de la solución acuosa que contiene vidrio soluble, que también puede contener otros aditivos/agregados y reactivos, los límites inferiores y los límites superiores de los diversos intervalos con respecto al componente respectivo y la definición respectiva se pueden combinar entre sí.

Utilizando por lo menos un vidrio soluble con un módulo molar más alto en un intervalo comprendido entre aproximadamente 3,2 y aproximadamente 4,0, se reduce la cantidad de álcalis en el gel, lo que reduce el riesgo de que los cationes alcalinos se transfieran al agua subterránea. También es posible una buena formación de gel con una cantidad reducida de dióxido de carbono requerido como reactivo en comparación con los vidrios solubles con un módulo molar inferior. Utilizando por lo menos un vidrio soluble con un módulo molar inferior en un intervalo comprendido entre aproximadamente 2,5 y aproximadamente 3,2 se forman ventajosamente geles más finamente reticulados que son muy homogéneos. El módulo molar indica la relación molar en la que se encuentran el dióxido de silicio y el óxido alcalino. El módulo molar también se denomina relación molar (MVZ). El intervalo seleccionado según la invención se encuentra en el extremo superior del denominado subgrupo de vidrios solubles neutros y abarca el intervalo posterior a este hasta el límite inferior del subgrupo de vidrios solubles con alto contenido de ácido silícico. En el contexto de la presente invención, el módulo molar se selecciona de forma particularmente preferida de modo que se encuentre en un intervalo comprendido entre aproximadamente 3,35 y aproximadamente 3,95, de forma más preferida que en un intervalo comprendido entre aproximadamente 3,4 y aproximadamente 3,92.

Se entiende que el tiempo de vertido significa el tiempo en el que una solución de inyección todavía puede bombearse o inyectarse en un material de suelo para formar un sellado. También puede denominarse tiempo de procesamiento. También se describe a menudo como el tiempo en que una solución de inyección se vierte aún de forma líquida cuando se vuelca un recipiente. No existe un procedimiento uniforme para determinar este parámetro clave. En la presente invención, el tiempo de vertido se determina mediante la determinación viscosimétrica del tiempo de vertido. Esta se realizó con un reómetro de oscilación HAAKE Viskotester IQ apoyado en un rodamiento

de bolas, obtenido de la empresa Thermo Fischer Scientific Inc., sucursal de Karlsruhe, Alemania, mediante el cual se determinó la viscosidad compleja a lo largo del tiempo. Los datos de medición determinados se leyeron y se evaluaron mediante un programa informático. A este respecto, en primer lugar se realizó un alisamiento mediante un filtro de valor medio con un tamaño de ventana de 7 puntos de medición, obteniéndose después la derivada de una curva alisada, y alisándose esta a su vez con un filtro de valor medio con un tamaño de ventana de 5 puntos de datos. Posteriormente, se determinó correspondientemente mediante derivación la pendiente de la curva de la viscosidad compleja, si era positiva o negativa, y esto también se realizó posteriormente para los siguientes 35 puntos de datos. A este respecto, se permitió que un máximo de 5 puntos de datos de la primera derivación fueran positivos. Como condición límite adicional, la viscosidad compleja tenía que ser 10 puntos de datos posteriores más reducida que la viscosidad compleja en el punto actual. A continuación, se registró gráficamente el cambio de signo para seleccionar el tiempo de vertido correcto. Un ejemplo de dicha determinación del tiempo de vertido a partir de la viscosidad compleja en el contexto de la presente invención se indica en la figura 1.

La composición acuosa presenta tiempos de vertido ajustables de forma variable en un intervalo de aproximadamente 1 minuto, preferentemente de aproximadamente 15 minutos, a aproximadamente 240 minutos, preferentemente de hasta aproximadamente 180 minutos, y de forma más preferida hasta aproximadamente 120 minutos, preferentemente en un intervalo comprendido entre aproximadamente 5 minutos y aproximadamente 100 minutos, de forma más preferida en un intervalo comprendido entre aproximadamente 10 minutos y aproximadamente 90 minutos, preferentemente de hasta aproximadamente 60 minutos.

En la solución acuosa que contiene por lo menos un vidrio soluble puede haber presencia de exactamente un vidrio soluble, pero también se pueden utilizar mezclas de diferentes vidrios solubles, por ejemplo, diferentes vidrios solubles con diferentes módulos molares en los intervalos según la invención y otros preferidos indicados. El por lo menos un vidrio soluble se selecciona preferentemente de entre un grupo que comprende un vidrio soluble de potasio y un vidrio soluble de sodio, y el por lo menos un vidrio soluble es preferentemente un vidrio soluble de sodio. Sin embargo, también se pueden utilizar mezclas de por lo menos un vidrio soluble de sodio y por lo menos un vidrio soluble de potasio, preferentemente con módulos molares en los intervalos indicados anteriormente. De forma particularmente preferida se utiliza por lo menos un vidrio soluble de sodio, de forma más preferida exactamente un vidrio soluble de sodio, con un módulo molar en un intervalo comprendido entre aproximadamente 3,4 y aproximadamente 3,9, de forma más preferida en un intervalo comprendido entre aproximadamente 3,42 y aproximadamente 3,85. Los vidrios solubles de sodio de este tipo muestran curvas de tiempo de vertido determinadas a partir de la viscosidad compleja, tal como se ha descrito anteriormente, en la composición acuosa total cuando se descargan del dispositivo de inyección después de la introducción de dióxido de carbono gaseoso, que son bastante planas, lo que da como resultado tiempos de vertido más largos. De forma particularmente preferida se utiliza por lo menos un vidrio soluble de sodio, preferentemente exactamente un vidrio soluble de sodio, con un módulo molar en un intervalo comprendido entre aproximadamente 3,4 y aproximadamente 3,5. De forma más preferida se utiliza por lo menos un vidrio soluble de sodio, preferentemente exactamente un vidrio soluble de sodio, con un módulo molar en un intervalo comprendido entre aproximadamente 3,8 y 3,9.

En otra forma de realización preferida del procedimiento según la invención, el por lo menos un vidrio soluble contenido en la solución acuosa presenta un contenido de dióxido de silicio en una cantidad en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 0,5% en peso y aproximadamente el 5% en peso, preferentemente en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 0,9% en peso y aproximadamente el 3,2% en peso, y de forma más preferida en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 1,3% en peso y aproximadamente el 2,9% en peso, con respecto en cada caso a la cantidad total de la solución acuosa. Con dicho contenido de dióxido de silicio, se obtiene un gel blando según la invención y no un gel duro. De forma ventajosa, en los intervalos según la invención y preferidos indicados relacionados con la proporción de dióxido de silicio en la solución acuosa, es posible una prolongación del tiempo de vertido en comparación con los contenidos de dióxido de silicio que se encuentran fuera de los intervalos reivindicados, en particular por encima de los intervalos mencionados. Además, se puede producir una solución acuosa y, por lo tanto, también un gel producido a partir de la misma, con un valor del pH inferior a 10 y preferentemente dentro de un intervalo comprendido entre aproximadamente 6,8 y aproximadamente 9,8. Además, con un contenido de dióxido de silicio en los intervalos mencionados, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa, solo se utiliza ventajosamente una pequeña cantidad de óxido alcalino, que está casi completamente neutralizado por el dióxido de carbono gaseoso utilizado. En el caso de los contenidos de dióxido de silicio mencionados, se promueve ventajosamente la formación de un gel (blando) con una red fina en la que está presente una reticulación compuesta por tetraedros de tetraóxido de silicio sin átomos extraños y pequeñas partículas de silicato en esta red, por lo que el gel formado presenta una mejor estabilidad a largo plazo y, por lo tanto, una vida útil más prolongada que los geles comparables fabricados de vidrio soluble con una solución de aluminato de sodio como reactivo. En última instancia, el agua subterránea también está protegida, porque la reticulación más o menos completa reduce la fuga de silicatos y/o sales metálicas del gel, lo que puede reducir un efecto negativo sobre el material de suelo o sobre el agua subterránea y la fauna del suelo.

Según la invención, la solución acuosa comprende por lo menos un reactivo (además del reactivo dióxido de carbono gaseoso) seleccionado de entre un grupo que comprende ésteres metílicos, ésteres etílicos y/o ésteres propílicos de ácido adípico, ácido málico, ácido ascórbico, ácido cítrico, ácido acético, ácido oxálico, ácido tartárico y ácidos dicarboxílicos, así como seleccionado de entre un grupo que comprende ésteres de ácidos carboxílicos

con cadenas de carbono de 1 a 4 átomos de carbono, ésteres de ácidos dicarboxílicos con cadenas de carbono de 1 a 6 átomos de carbono y triglicéridos. Los ésteres de ácido carboxílico presentan dos grupos organilo, cada uno de los cuales presenta las longitudes de cadena de la cadena de carbono mencionadas. Los ésteres de ácido dicarboxílico también presentan dos grupos organilo que tienen las longitudes de cadena de la cadena de carbono mencionadas, pero la longitud de la cadena de carbono entre los dos grupos éster también puede tener de 1 a 6 átomos de carbono. Según la invención, pueden estar previstos ésteres de ácidos carboxílicos cíclicos tales como, en particular, lactonas. Dependiendo de la funcionalización de los ácidos orgánicos mencionados, incluidos los de 1 a 6 átomos de carbono para formar ésteres de ácido dicarboxílico y los de 1 a 4 átomos de carbono para formar ésteres de ácido carboxílico, y el grado de esterificación, puede estar presentes ésteres mono-, di- o tri-propílicos, metílicos o etílicos. Según la invención, los ésteres particularmente preferidos son carbonato de propileno, triacetina (triacetato de glicerol) y/o ésteres dibásicos (DBE), es decir, ésteres dimetílicos de ácidos dicarboxílicos. Se prefiere particularmente el carbonato de propileno, en particular en un procedimiento de dos etapas, tal como se describe más adelante. En el procedimiento de una o dos etapas, preferentemente el procedimiento de dos etapas, es más preferido el, por lo menos un, éster seleccionado de entre un grupo que comprende carbonato de propileno, triacetina (triacetato de glicerol) y/o ésteres dibásicos (DBE), es decir, ésteres dimetílicos de ácidos dicarboxílicos, y es más preferido el carbonato de propileno. Los ésteres mencionados se utilizan preferentemente en su forma pura, es decir sin diluir, y de forma más preferida en forma líquida. No obstante, también son posibles mezclas de los ésteres mencionados, diluidas con agua, siempre que sean miscibles. Sin embargo, la concentración del por lo menos un vidrio soluble, dado el caso, tendría que aumentarse, lo que puede ser desventajoso para la reacción de reticulación, puesto que no podrían obtenerse geles blandos formados uniformemente. De forma más preferida, la solución acuosa que contiene vidrio soluble comprende por lo menos un reactivo como sustancia pura en forma de por lo menos un éster líquido sin diluir, tal como se ha descrito anteriormente, en una cantidad en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 0,15% en peso, preferentemente de aproximadamente el 0,25% en peso, de forma incluso más preferida de aproximadamente el 0,8% en peso, y aproximadamente el 5% en peso, preferentemente aproximadamente el 2,5% en peso, de forma más preferida aproximadamente el 1,9% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa que contiene vidrio soluble. "Como sustancia pura" significa que no se considera un disolvente como el agua, es decir, se entiende la cantidad del reactivo sin disolvente, tal como por ejemplo un éster líquido puro sin diluir. El por lo menos un reactivo está comprendido de forma particularmente preferida como sustancia pura, en particular en forma de los ésteres líquidos sin diluir mencionados anteriormente, en una cantidad en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 0,5% en peso y aproximadamente el 4,5% en peso y de forma más preferida en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 0,8% en peso y aproximadamente el 4% en peso, con respecto en cada caso a la cantidad total de la solución acuosa que contiene vidrio soluble, en la misma. Si se utiliza una mezcla de reactivos, por ejemplo dos, tres o más reactivos, en el procedimiento de una o dos etapas, los intervalos de cantidades dados anteriormente se aplican a la cantidad total de solución acuosa que contiene vidrio soluble.

La solución acuosa comprende de forma más preferida por lo menos un agente espesante. La viscosidad de la solución acuosa puede ajustarse ventajosamente añadiendo por lo menos un agente espesante, que influye en la formación de gel y, por lo tanto, también en el tiempo de vertido. De forma particularmente preferida, el por lo menos un espesante aumenta la viscosidad de la solución acuosa justo al comienzo de la reacción entre el dióxido de carbono gaseoso y el por lo menos un vidrio soluble, y por lo tanto reduce la velocidad de reacción de formación de gel. El por lo menos un espesante se selecciona preferentemente de entre un grupo que comprende alginatos, pectinas, almidones, goma xantana, caolín, bentonitas, ésteres de celulosa tales como carboximetilcelulosa o hidroxietilcelulosa, poliacrilatos, arcillas del grupo mineral de dos capas y/o tres capas, y/o poliuretanos. El por lo menos un agente espesante está contenido de forma particularmente preferida en la solución acuosa en una cantidad en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 0,05% en peso y aproximadamente el 2,5% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución que contiene vidrio soluble. El o los espesantes no reaccionan con la solución que contiene el vidrio soluble, pero influyen en su viscosidad aumentándola. La solución acuosa también puede contener sales inorgánicas como estabilizantes. Las sales inorgánicas se seleccionan preferentemente de entre un grupo que comprende sulfatos, carbonatos, hidrogenocarbonatos, cloruros, fosfatos, nitratos y óxidos de sodio, de potasio, de litio, de magnesio y/o de calcio. El por lo menos un agente estabilizante está contenido de forma particularmente preferida en la solución acuosa en una cantidad en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 0,01% en peso y aproximadamente el 1% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución que contiene vidrio soluble. Para modificar el módulo molar del por lo menos un vidrio soluble en la solución acuosa, la solución acuosa también puede comprender ventajosamente ácido silícico, preferentemente en una cantidad en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 0,01% en peso y aproximadamente el 2% en peso, con respecto a la cantidad total de solución que contiene vidrio soluble.

La solución acuosa que comprende por lo menos un vidrio soluble comprende preferentemente un contenido total de agua en el intervalo comprendido entre aproximadamente el 75% en peso y aproximadamente el 99% en peso, de forma más preferida en el intervalo comprendido entre aproximadamente el 78% en peso y aproximadamente el 99% en peso y de forma incluso más preferida entre aproximadamente el 85% en peso y aproximadamente el 98% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa. El por lo menos un vidrio soluble se mezcla con agua, de modo que se obtenga como resultado una solución del por lo menos un vidrio soluble en agua. Se puede utilizar agua desionizada o agua corriente, agua de pozo y/o agua subterránea, y también se puede utilizar agua de mar desalinizada.

La solución acuosa que contiene vidrio soluble comprende de forma más preferida por lo menos un vidrio soluble con un contenido de sólidos en el intervalo comprendido entre aproximadamente el 1% en peso y aproximadamente el 6% en peso, con respecto a la cantidad total de la composición. La solución acuosa que contiene vidrio soluble presenta de forma particularmente preferida un contenido de sólidos del por lo menos un vidrio soluble en el intervalo comprendido entre aproximadamente el 1,2% en peso y aproximadamente el 5,8% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa que contiene vidrio soluble. El contenido de sólidos del por lo menos un vidrio soluble se encuentra de forma muy particularmente preferida en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 1,4% en peso y aproximadamente el 5,7% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa que contiene el vidrio soluble. Si está presente una mezcla de vidrios solubles, por ejemplo de dos, tres o más vidrios solubles, los intervalos de cantidades indicados anteriormente se aplican a la cantidad de contenido de sólidos de dicha mezcla. El contenido de sólidos se determina deshidratando y recociendo un (1) gramo del por lo menos un vidrio soluble en un crisol adecuado, prerrecocido y enfriado de nuevo a una temperatura de aproximadamente 650 °C durante 60 minutos, llevándose la temperatura lentamente hasta la temperatura de recocido de aproximadamente 650 °C. A este respecto, se pueden utilizar sustancias vehículo tales como arena para evitar que el vidrio soluble salpique cuando se caliente. El contenido de sólidos que corresponde al residuo de recocido se determina a partir de la pérdida por recocido determinada mediante comparación pesando antes y después del recocido. El contenido de sólidos consiste esencialmente en dióxido de silicio y dióxido de sodio en el caso de un vidrio soluble de sodio y dióxido de silicio y óxido de potasio en el caso de un vidrio soluble de potasio.

De forma particularmente preferida en el contexto de la presente invención se utiliza una solución acuosa que contiene vidrio soluble para formar un gel blando, que comprende por lo menos uno, preferentemente exactamente un vidrio soluble de sodio con un módulo molar en un intervalo comprendido entre aproximadamente 3,3 y aproximadamente 3,9, preferentemente en una cantidad en un intervalo comprendido entre aproximadamente el 7,5% en peso y aproximadamente el 11,5% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa que contiene vidrio soluble, y como reactivo por lo menos un éster, preferentemente carbonato de propileno, en una cantidad en el intervalo comprendido entre aproximadamente el 0,15% en peso y aproximadamente el 2% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa que contiene vidrio soluble, presentando la solución acuosa que contiene vidrio soluble preferentemente un valor del pH en el intervalo comprendido entre aproximadamente 8 y aproximadamente 10,5, encontrándose el contenido de dióxido de silicio en el intervalo comprendido entre aproximadamente el 1,3% en peso y aproximadamente el 3% en peso, preferentemente en el intervalo comprendido entre aproximadamente el 2,3% en peso y aproximadamente el 2,8% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa que contiene vidrio soluble. A este respecto, se prefiere particularmente que el por lo menos un reactivo se añada a una solución acuosa de vidrio soluble diluida en una primera etapa, y preferentemente se mezcle, y a la solución acuosa que contiene vidrio soluble así obtenida con el por lo menos un éster se le introduzca a continuación dióxido de carbono gaseoso en una segunda etapa, preferentemente antes del dispositivo de inyección y/o en el mismo.

La solución acuosa que contiene vidrio soluble se produce preferentemente en un proceso continuo. Para este propósito, por ejemplo, el por lo menos un vidrio soluble y el agua pueden alimentarse a un mezclador activo desde conducciones de alimentación separadas, mezclarse en el mismo y derivarse en continuo del mezclador y alimentarse al dispositivo de inyección durante el mezclado, introduciéndose el dióxido de carbono gaseoso antes del dispositivo de inyección y/o en el mismo, eventualmente también poco antes de la descarga de la mezcla desde el dispositivo de inyección.

En una forma de realización preferida del procedimiento según la invención, la introducción de dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa que contiene vidrio soluble se realiza de forma continua. Puede realizarse en lotes disponiendo la solución en un recipiente a presión y a continuación inyectando el dióxido de carbono gaseoso a presión. La introducción continua promueve la ventajosa descarga continua de la mezcla de dióxido de carbono gaseoso y la solución acuosa que contiene por lo menos un vidrio soluble a través de un dispositivo de inyección. Ventajosamente, es posible, a este respecto, no utilizar mezcladores activos de cualquier tipo, de modo que el gasto en equipo del procedimiento según la invención se reduce considerablemente en comparación con los procedimientos convencionales conocidos del estado de la técnica, en particular cuando la solución diluida que contiene vidrio soluble se produce también en un proceso continuo. No obstante, puede estar previsto un tramo de mezclado pasivo o algún otro tipo de mezclado pasivo, es decir no activo, después de la introducción de dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa que contiene el vidrio soluble.

En otra forma de realización preferida del procedimiento según la invención, se introduce dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa que contiene vidrio soluble lateralmente, a través de una boquilla de ranura anular, preferentemente de forma central en el caso de una disposición de este tipo en, por ejemplo, una conducción de alimentación de la solución acuosa que contiene vidrio soluble que está dispuesta antes del dispositivo de inyección o también en el mismo, y/o en contracorriente. Por ejemplo, si se proporciona una boquilla de ranura anular, el dióxido de carbono gaseoso también se puede introducir en contracorriente a la mezcla acuosa que contiene el vidrio soluble. En el caso de la introducción en contracorriente, se produce ventajosamente una distribución más uniforme del dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa, por lo que se puede aumentar el grado de reticulación del gel obtenido. Alternativamente, también sería posible utilizar por lo menos un mezclador estático

poroso que, por ejemplo, se puede proporcionar como un objeto instalado en la conducción de alimentación al dispositivo de inyección. No están previstos mezcladores activos; estos aumentarían de forma desventajosa el gasto en equipo.

En otra forma de realización preferida, la solución acuosa que contiene vidrio soluble se comprime mediante por lo menos un medio de bombeo. Esta compresión tiene lugar ventajosamente antes de la introducción del dióxido de carbono gaseoso. Como resultado de la compresión realizada, se puede mejorar adicionalmente la disolución del dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa. Además, es posible, proporcionando unos medios de bombeo adecuados, preferentemente por lo menos dos medios de bombeo, por ejemplo en forma de una disposición de bomba con dos bombas de pistón, proporcionar un caudal de presión y un caudal másico uniformes, lo que da como resultado un mezclado uniforme del dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa. Los por lo menos dos medios de bombeo de una disposición de bomba, a este respecto, se conectan preferentemente en paralelo o se utilizan en paralelo. Cuando la mezcla del dióxido de carbono gaseoso con la solución acuosa que contiene vidrio soluble se descarga a través del dispositivo de inyección, se produce una caída de presión en la abertura de descarga que es suficiente incluso sin que esté previsto por lo menos un medio de bombeo, para proporcionar una cantidad suficiente del dióxido de carbono en la solución acuosa que contiene vidrio soluble para la formación de un gel. En otra forma de realización del procedimiento según la invención, ventajosamente se inicia el agua de antemano al comienzo de la inyección. De esta manera, se puede generar una presión de funcionamiento necesaria para la descarga así como para la disolución del dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa que contiene vidrio soluble. En una forma de realización alternativa a la anterior, también puede estar previsto que se aumente la presión al comienzo de la inyección a través de un dispositivo de cierre, tal como, por ejemplo, un obturador conmutable. No obstante, también es posible una combinación de los dos procedimientos mencionados anteriormente.

Cuando el proceso se lleva a cabo en dos etapas, se utiliza adicionalmente por lo menos uno de los reactivos, tal como se ha descrito anteriormente. En la primera etapa, después de preparar una solución acuosa que contiene vidrio soluble diluida en un dispositivo de mezclado, por ejemplo un mezclador estático, se añade por lo menos un reactivo a esta solución que contiene vidrio soluble diluida, dado el caso también otros aditivos tales como espesantes, realizándose el mezclado con el mismo dispositivo de mezclado que se utiliza para preparar la solución diluida que contiene vidrio soluble, de modo que se puede hablar de una preparación por lotes, o el mezclado se realiza utilizando un segundo dispositivo de mezclado, por ejemplo de nuevo un mezclador estático, realizándose entonces una transferencia de la solución acuosa que contiene vidrio soluble preparada en la primera subetapa a otro dispositivo de recepción, que también puede estar diseñado como una conducción. La solución acuosa diluida que contiene vidrio soluble que contiene por lo menos uno de los reactivos mencionados anteriormente así producida en una segunda subetapa de la primera etapa gelifica de forma extremadamente lenta debido a las propiedades de los ésteres que pueden utilizarse y a la pequeña cantidad, de modo que la segunda etapa subsiguiente no debe llevarse a cabo inmediatamente a continuación de la primera etapa. La segunda etapa del proceso según la invención, en el caso de una formación en dos etapas, se puede llevar a cabo preferentemente hasta aproximadamente 2 horas, de forma más preferida hasta aproximadamente 1 hora, de forma incluso más preferida hasta aproximadamente 20 minutos, después de la primera etapa o inmediatamente después de la misma. En la segunda etapa, como también en la primera etapa, se añade dióxido de carbono gaseoso en una cantidad suficiente para formar un gel blando dentro de un periodo de tiempo dado. El dióxido de carbono gaseoso se añade preferentemente tal como se ha descrito anteriormente, preferentemente en un dispositivo de inyección tal como una lanza de inyección, en particular cerca o inmediatamente antes de una abertura de descarga del mismo. La descarga desde un dispositivo de inyección se lleva a cabo preferentemente tal como se ha descrito anteriormente. El proceso de dos etapas también se puede llevar a cabo preferentemente de forma continua.

En otra forma de realización preferida del procedimiento según la invención, están previstos unos elementos de guía o puntos de regulación que regulan la alimentación de los componentes de la mezcla, en particular de forma automática. Por ejemplo, una cantidad de dióxido de carbono gaseoso introducido en la solución acuosa que contiene vidrio soluble se puede regular mediante un detector de caudal másico o un controlador de caudal másico, por ejemplo uno que funcione térmicamente, determinándose, por ejemplo, el caudal volumétrico o el caudal másico del dióxido de carbono gaseoso o el valor del pH de la mezcla obtenida. Sin embargo, dichos elementos de guía y puntos de regulación también pueden utilizarse en la producción de la solución acuosa que contiene vidrio soluble. Por ejemplo, si se proporciona también por lo menos un medio de bombeo para comprimir la solución acuosa que contiene vidrio soluble, la presión de funcionamiento generada como resultado de ello también puede comprobarse y, si es necesario, regularse. Por lo tanto, las inyecciones pueden realizarse ventajosamente de manera uniforme, de tal modo que se puede obtener un sellado de alta calidad, en particular impermeable al agua subterránea. Además, el tiempo de vertido también se puede ajustar muy bien de forma automática, de forma particularmente preferida llevándose a cabo la inyección de forma continua y simplificándose de manera significativa en comparación con los procedimientos de inyección convencionales conocidos del estado de la técnica, considerando la presión de funcionamiento generada en gran medida mediante un, por lo menos un medio de bombeo posiblemente presente y determinada, así como la alimentación de una cantidad regulada de dióxido de carbono gaseoso, que conjuntamente crean una presión de inyección determinable y también regulable.

La presente invención también se refiere al uso de dióxido de carbono gaseoso como reactivo para la producción

de un sellado, por ejemplo, una base de sellado de una fosa de construcción, con una base de fosa de suelo debajo del nivel freático, pero también otras bases de sellado o encapsulamientos parciales o completos para vertederos, etc., a partir de una solución acuosa que contiene vidrio soluble con por lo menos uno de los reactivos anteriormente mencionados mediante inyección con formación de un gel blando. Por ejemplo, los vertederos se pueden sellar para hermetizarlos del agua subterránea de esta manera o las zonas contaminadas/contaminantes en el suelo se pueden encapsular en todos los lados para evitar la contaminación del agua subterránea. Particularmente preferido en el contexto de la presente invención es un uso en el que una mezcla del dióxido de carbono gaseoso y una solución acuosa que contiene vidrio soluble con por lo menos uno de los reactivos mencionados anteriormente se inyecta en un material de suelo. Con respecto a los usos según la invención y las soluciones acuosas que contienen vidrio soluble o mezclas del dióxido de carbono gaseoso utilizadas con por lo menos una solución acuosa que contiene vidrio soluble con por lo menos un reactivo y opcionalmente otros aditivos, tal como se ha descrito anteriormente, remítase a las realizaciones anteriores con respecto al procedimiento según la invención, así como con respecto a los posibles procedimientos de inyección. Las ventajas y las propiedades mencionadas anteriormente con respecto al procedimiento según la invención se convierten, a este respecto, completamente en el objeto de los usos según la invención.

El uso de dióxido de carbono gaseoso con introducción en una solución que contiene vidrio soluble acuosa para el sellado por inyección en un material de suelo con la formación de un gel (blando) es ventajoso en comparación con los procedimientos conocidos del estado de la técnica, remitiéndose a las realizaciones expuestas anteriormente con respecto al procedimiento según la invención. La mezcla de dióxido de carbono gaseoso y la solución acuosa que contiene vidrio soluble con por lo menos uno de los reactivos mencionados anteriormente se inyecta preferentemente en un material de suelo en una capa que se encuentra debajo de una base de fosa de construcción o debajo de un vertedero o zona contaminada, y de forma más preferida a una distancia de la misma. Se puede evitar la flotación del sellado en forma de una base de sellado, que es un compuesto del material de suelo con el gel formado a partir de la mezcla, de forma fiable en el caso de una fosa de construcción.

Además, la presente invención se refiere a un sellado producido utilizando el procedimiento según la invención, tal como se ha descrito anteriormente, mediante la inyección de la mezcla en un material de suelo, así como a una fosa de construcción con un sellado en forma de una base de sellado, producida utilizando el procedimiento según la invención, tal como se ha descrito anteriormente, mediante la inyección de la mezcla en un material de suelo, formándose un único gel blando. En particular, a este respecto, una fosa de construcción, tal como se expone también en el documento DE 102 18 771 A1, puede presentar una barrera vertical en forma de encapsulamiento de fosa de construcción. La base de sellado, preferentemente la base de sellado de una fosa de construcción, pero también de un vertedero, etc., se realiza preferentemente de tal manera que evite la entrada o el paso de aguas subterráneas o, en la dirección opuesta, de sustancias de cualquier tipo en el agua subterránea. La mezcla se inyecta preferentemente mediante una inyección de sellado y, a este respecto, de forma más preferida mediante un procedimiento a baja presión.

Con el procedimiento según la invención, es posible de manera ventajosa formar un gel (blando) que puede formar un sellado, por ejemplo en forma de una base de sellado en una fosa de construcción, siendo la solución acuosa o el gel formado respetuoso con el medio ambiente y neutro con respecto al agua subterránea. Al evitar las sales metálicas nocivas como reactivos, no se producen los problemas asociados de transferencia de cationes metálicos presentes en el reactivo al agua subterránea o al material de suelo circundante. Mediante los tiempos de vertido ajustables y dependientes del pH se evitan las desventajas causadas por la acidificación o la alcalinización excesiva. Se obtienen geles reticulados, siendo la sinéresis considerablemente más reducida en comparación con, en particular, los geles conocidos del estado de la técnica que se produjeron utilizando solución de aluminato de sodio como reactivo. Los geles producidos excretan un líquido de sinéresis a lo largo del tiempo y, a este respecto, se contraen. A esto se le denomina sinéresis en el presente contexto. Debido a la reducida sinéresis en los geles producidos a partir de la solución acuosa según la invención con dióxido de carbono gaseoso presente en la misma, se puede observar una contracción más reducida. Los geles así producidos tienen una mejor estabilidad a largo plazo debido a la reticulación que ha tenido lugar sin la incorporación de átomos extraños en comparación con los geles que se han producido utilizando, por ejemplo, solución de aluminato de sodio como reactivo. Sin embargo, con la composición según la invención, de forma muy particularmente ventajosa, los tiempos de vertido pueden ajustarse muy bien, incluso automáticamente, antes de la formación de gel real, en particular si el contenido de dióxido de silicio del por lo menos un vidrio soluble, tal como se ha descrito anteriormente, se considera, y en particular también si el procedimiento se lleva a cabo en dos etapas. Como resultado de la muy amplia reticulación, el silicato del por lo menos un vidrio soluble se une ventajosamente casi cuantitativamente en el gel. Finalmente, se liberan menos iones alcalinos al material de suelo circundante y al agua subterránea. El procedimiento según la invención se puede operar de manera continua y es rentable debido a las menores cantidades de vidrio soluble utilizado debido a que se evitan cantidades excesivas de mezcla formadora de gel, ya que la introducción de dióxido de carbono gaseoso se detiene en cualquier momento y la introducción solo puede tener lugar inmediatamente antes del dispositivo de inyección o en el mismo, así como debido al reactivo de bajo coste en forma de dióxido de carbono gaseoso.

Las ventajas de la presente invención se explican con más detalle con referencia a las figuras y los ejemplos siguientes. Estas muestran:

Figura 1: una evaluación gráfica para determinar el tiempo de vertido a partir de la viscosidad compleja con el procedimiento utilizado en la presente invención para determinar el tiempo de vertido;

5 Figura 2: un ejemplo de diagrama de flujo del proceso según la invención en una configuración preferida;

Figura 3a: comparación de tiempos de vertido en un proceso de dos etapas con un vidrio soluble de sodio y un contenido de dióxido de silicio del 2,5% en peso con tres ésteres diferentes y un grado de preneutralización del 70% en función de una cantidad creciente de dióxido de carbono gaseoso añadido; y

10 Figura 3b: comparación de tiempos de vertido en un proceso de dos etapas con un vidrio soluble de sodio y un contenido de dióxido de silicio del 2,5% en peso con tres ésteres diferentes y un grado de preneutralización del 80% en función de una cantidad creciente de dióxido de carbono gaseoso añadido.

15 El procedimiento utilizado en la presente invención para determinar el tiempo de vertido ya se ha explicado en detalle anteriormente en la descripción general. La figura 1 muestra un ejemplo de representación gráfica de una determinación viscosimétrica del tiempo de vertido con un reómetro de oscilación Viskotester IQ de Haake y la determinación gráfica del tiempo de vertido mediante el algoritmo utilizado, como ya se ha descrito también en detalle en la descripción general anterior. Del gráfico de evaluación a modo de ejemplo según la figura 1 puede deducirse a este respecto, que se determinaron dos tiempos de vertido (véase la curva rectangular reproducida en la misma) debido al ruido de fondo del valor medido durante la medición, es decir, a aproximadamente 500 segundos y una vez a aproximadamente 820 segundos. El tiempo de vertido resultante es de 500 segundos, ya que cuando se determinan varios tiempos de vertido debido a un cambio de signo, generado por el algoritmo descrito, el tiempo de vertido que se encuentra en el punto en el que la cantidad de la viscosidad compleja determinada comienza a disminuir es el tiempo de vertido que es relevante para el uso de la composición acuosa según la invención en el contexto de la elaboración de sellados, en particular en forma de bases de sellado y fosas de construcción con bases de sellado, en particular por inyección, y de la formación de un gel, en particular un gel blando.

20 La figura 2 muestra un diagrama de flujo de proceso esquemático de cómo se puede llevar a cabo el proceso según la invención a modo de ejemplo en una de las configuraciones preferidas. Por lo menos un vidrio soluble, por ejemplo un vidrio soluble de sodio, se dispone en un tanque 10 y se alimenta a través de una bomba 14, que es accionada por motor, a través de una primera conducción 12 a un mezclador 20, que también es accionado por motor. A este respecto, entre la bomba 14 y el mezclador 20 está dispuesto un dispositivo de cierre 16 regulable. El agua se alimenta al mezclador 20 a través de una segunda conducción de alimentación 22, estando preconectado un elemento de cierre 24 regulable adicional al mezclador 20. Los dos elementos de cierre 16 para el vidrio soluble del tanque 10 y 24 para la alimentación de agua se pueden regular mediante un elemento de guía 18 que, por ejemplo, por medio de la determinación del caudal mide el caudal de vidrio soluble por medio de su caudal volumétrico o su caudal másico a través de la primera conducción de alimentación 12 y el agua por medio de su caudal volumétrico o su caudal másico a través de la segunda conducción de alimentación 22 y, dado el caso, reajusta los dispositivos de cierre 16 y 24, en particular de forma automática. Alternativamente, el agua y el por lo menos un vidrio soluble se pueden pesar y mezclar en un proceso en lotes, o se puede llevar a cabo una dosificación manual a través de los caudales volumétricos o los caudales másicos.

45 A continuación del tanque 20 se encuentra una disposición de bomba 30 con una primera bomba de pistón 32 y una segunda bomba de pistón 34, que están conectadas en paralelo. La mezcla de vidrio soluble y agua que sale del mezclador 20 se lleva a la presión de operación mediante la misma y se alimenta a un tramo de mezclado 40.

50 El tramo de mezclado 40, que no es un mezclador activo como el mezclador 20, se alimenta con dióxido de carbono gaseoso a través de una tercera conducción de alimentación 42. En la tercera conducción de alimentación 42 está integrado otro dispositivo de cierre 44 regulable, que está en contacto con un punto de regulación 46, que está diseñado, por ejemplo, como un dispositivo de control de caudal, y entre el tramo de mezclado 40 y el dispositivo de inyección 50, que puede estar diseñado, por ejemplo, como una lanza de inyección convencional equipada con un empaquetador, se determina la cantidad de dióxido de carbono gaseoso introducido en la solución acuosa que contiene vidrio soluble en el tramo de mezclado 40 y, dado el caso, la cantidad de dióxido de carbono gaseoso alimentada se aumenta o se reduce a través del dispositivo de cierre 44 regulable, en particular automáticamente. Sin embargo, en lugar del caudal volumétrico o del caudal másico del dióxido de carbono gaseoso, también podría estar previsto, por ejemplo, determinar el valor del pH de la mezcla producida y regular en consecuencia la introducción de dióxido de carbono gaseoso. Naturalmente, también sería posible el control manual del caudal volumétrico o del caudal másico del dióxido de carbono gaseoso. Alternativamente, también puede estar previsto que el dióxido de carbono se alimente directamente a través del dispositivo de inyección 50 y, por lo tanto, se prescinda del tramo de mezclado 40. El punto de control 46 puede actuar entonces directamente sobre el dispositivo de inyección 50, preferentemente poco antes de la abertura de descarga del dispositivo de inyección 50.

65 Se llevaron a cabo ensayos comparativos utilizando diferentes vidrios solubles, y concretamente en cada caso un

vidrio soluble y no una mezcla de vidrios solubles. Todos los vidrios solubles de sodio y vidrios solubles de potasio utilizados se obtuvieron de Wöllner GmbH, Ludwigshafen.

En ensayos comparativos para determinar el respeto al medio ambiente, se sometieron a ensayo geles con diferentes reactivos para determinar su respeto al medio ambiente. Se hizo una comparación entre los geles producidos utilizando un reactivo Stabasil 19 basado en una solución de aluminato de sodio, obtenido de Wöllner GmbH, Ludwigshafen, un reactivo basado en hidrogenocarbonato de sodio Stabasil 23, obtenido de Wöllner GmbH, Ludwigshafen, y uno según el gel preparado según la invención. Se utilizó un vidrio soluble de sodio A con un módulo molar de 3,46 y un vidrio soluble de sodio B con un módulo molar de 2,58. Las composiciones sometidas a ensayo se pueden encontrar en las tablas 1 y 2 siguientes.

Tabla 1

Reactivo	Proporción de reactivo [% en peso]	Tipo de vidrio soluble	Proporción de SiO ₂ [% en peso]	Contenido total de agua [% en peso]
Stabasil 19	2,75	Silicato de sodio A	6,35	89,00
Stabasil 23	2,00	Silicato de sodio A	6,35	89,75
Dióxido de carbono	0,3	Silicato de sodio A	2,50	96,45
Dióxido de carbono + carbonato de propileno en dos etapas	0,25 + 1,23	Silicato de sodio A	2,50	95,27

Tabla 2

Reactivo	Proporción de reactivo [% en peso]	Tipo de vidrio soluble	Proporción de SiO ₂ [% en peso]	Contenido total de agua [% en peso]
Stabasil 19	2,75	Silicato de sodio B	5,25	88,36
Stabasil 23	2,00	Silicato de sodio B	5,25	89,11
Dióxido de carbono	0,35	Silicato de sodio B	2,50	96,15

Se prepararon mezclas correspondientes a las composiciones según las tablas 1 y 2. Se produjeron geles a partir de 100 g de cada una de las mezclas mencionadas anteriormente a una temperatura de entre 23 °C y 30 °C y los recipientes de muestra se almacenaron a continuación bien cerrados durante una semana a esta temperatura. A continuación, se pesó y se analizó el líquido de sinéresis resultante.

Incluso ya una comparación visual de los geles producidos a partir de las dos mezclas de comparación con Stabasil 19, que es un lejía de aluminato de sodio con el 19% en peso de óxido de aluminio, y con Stabasil 23 en polvo con respecto al gel producido según el procedimiento según la invención con los vidrios solubles de sodio A y B muestra claras diferencias en el sentido en que el último pareció considerablemente más claro y más transparente. De esto se puede concluir que existe una red más fina y que hay partículas de silicato más pequeñas en el propio gel, pareciendo el gel producido con el silicato de sodio B un poco más claro, de lo que se deduce una reticulación más fina y más completa. El análisis de los líquidos de sinéresis, después de determinar las cantidades absolutas de las sustancias analizadas en los mismos, arrojó los siguientes valores que se muestran en las tablas 3 y 4, con respecto a 100 g de gel.

Tabla 3

Vidrio soluble de sodio A			
	Stabasil 19	Stabasil 23	CO ₂
Sinéresis [g]	4,44	24,63	6,24
SiO ₂ [mg]	45,7	125,6	0,6
Na [mg]	71,3	440,9	30,0
Al [mg]	0,4	-	-

Tabla 4

Vidrio soluble de sodio B			
	Stabilil 19	Stabilil 23	CO ₂
Sinéresis [g]	5,1	27,4	5,9
SiO ₂ [mg]	60,3	143,5	0,62
Na [mg]	95,1	585,3	39,6
Al [mg]	0,5	-	-

En principio, el análisis ya confirma el examen óptico de los geles obtenidos en la medida en que el líquido de sinéresis, basado en el gel producido con el procedimiento según la invención, contiene cantidades extremadamente pequeñas de dióxido de silicio tanto en el vidrio soluble de sodio A como en el vidrio soluble de sodio B, lo que indica que está presente en el gel formado una red de óxido de silicio fina y casi completamente reticulada. En general, se puede observar que los geles producidos utilizando el procedimiento según la invención desprenden significativamente menos sodio y dióxido de silicio al medio ambiente, ya sea al material de suelo circundante o al agua subterránea, que los geles que se han fabricado con solución de aluminato de sodio o sales tales como hidrogenocarbonato de sodio según el estado de la técnica, y en particular nada de aluminio. Además, se puede resumir que el valor del pH de la mezcla utilizada en el procedimiento según la invención se encuentra en un intervalo comprendido entre aproximadamente 6,5 y aproximadamente 9,8 y, por lo tanto, en un intervalo que no es perjudicial para las aguas subterráneas y, en particular, no puede conducir a una sobreacidificación del material de suelo. Se observó que el valor del pH se elevó ligeramente después de 24 horas.

Además, se preparó en un proceso de dos etapas en una primera subetapa una solución acuosa diluida de un vidrio soluble de sodio con un módulo molar de aproximadamente 3,5 y un contenido de dióxido de silicio de 2,5% en peso y en una segunda subetapa en la primera etapa este se ajustó con un éster en forma pura, concretamente, carbonato de propileno, triacetina y un éster dibásico (DBE), a un grado de preneutralización del 70% y del 80%, respectivamente. El contenido de agua fue del 95,27% en peso. Dos minutos después de la preparación de esta primera mezcla, se añadieron cantidades crecientes de dióxido de carbono gaseoso en la segunda etapa y se determinaron los tiempos de vertido. Como ésteres puros se utilizaron carbonato de propileno, triacetina y un éster dibásico (DBE). Los resultados obtenidos se muestran en las figuras 3a y 3b. Se muestra claramente que con carbonato de propileno (línea inferior en las figuras 3a y 3b) el tiempo de vertido se puede establecer en una ventana de tiempo buena para el procesamiento en un intervalo comprendido entre aproximadamente 30 minutos y aproximadamente 200 minutos. Los resultados para los otros dos ésteres también son buenos, pero el tiempo de vertido es significativamente más prolongado que para el carbonato de propileno. Además, el proceso de dos etapas dio como resultado una sinéresis más reducida de solo 0,11 g y solo se encontraron 0,02 mg de dióxido de silicio y 0,06 mg de sodio en el líquido de sinéresis.

Por lo tanto, con la presente invención se proporciona un procedimiento según la invención con el que se hace reaccionar dióxido de carbono gaseoso y una solución acuosa que contiene por lo menos un vidrio soluble con por lo menos un reactivo que es adecuado para producir un gel, en particular un gel blando, en particular en el marco de una inyección, para sellados, en particular en forma de bases de sellado o fosas de construcción con bases de sellado, pero también es adecuado para el encapsulamiento parcial o completo de, por ejemplo vertederos o sitios contaminados, que se caracteriza por un tiempo de vertido ajustable, de modo que la base de sellado preferentemente puede producirse en un proceso de descarga, en particular un proceso de inyección, continuo, y concretamente formándose un gel que es compatible con respecto al valor del pH con respecto a las aguas subterráneas, y también tiene una buena estabilidad a largo plazo debido a la formación de redes mejoradas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir un sellado en un material de suelo por medio de un dispositivo de inyección, en el que se hace reaccionar dióxido de carbono gaseoso y una solución acuosa que contiene vidrio soluble con por lo menos un reactivo seleccionado de entre un grupo que comprende éster metílico, éster etílico y/o éster propílico de ácido adípico, ácido málico, ácido ascórbico, ácido cítrico, ácido acético, ácido oxálico, ácido tartárico y ácidos dicarboxílicos, así como ésteres de ácido carboxílico con cadenas de hidrocarburo de 1 a 4 átomos de carbono y ésteres de ácido dicarboxílico con cadenas de hidrocarburo de 1 a 6 átomos de carbono, triglicéridos, ésteres de ácidos carboxílicos cíclicos, carbonato de propileno, triacetina o ésteres dibásicos, formándose un gel.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que se lleva a cabo una introducción de dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa que contiene vidrio soluble antes del dispositivo de inyección y/o en el mismo.
3. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el valor del pH de la mezcla se ajusta en un intervalo comprendido entre aproximadamente 6,5 y aproximadamente 10,5.
4. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el por lo menos un vidrio soluble contenido en la solución acuosa presenta un módulo molar en un intervalo comprendido entre aproximadamente 2,5 y aproximadamente 4,0.
5. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el por lo menos un vidrio soluble contenido en la solución acuosa presenta un contenido de dióxido de silicio comprendido entre aproximadamente el 0,5% y aproximadamente el 5% en peso, con respecto a la cantidad total de la solución acuosa.
6. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el contenido de sólidos del por lo menos un vidrio soluble en solución acuosa está comprendido entre aproximadamente el 1% en peso y aproximadamente el 6% en peso, con respecto a cantidad total de la solución acuosa.
7. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la introducción de dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa que contiene vidrio soluble se lleva a cabo de forma continua.
8. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la introducción de dióxido de carbono gaseoso en la solución acuosa que contiene vidrio soluble se realiza lateralmente, a través de una boquilla de ranura anular y/o en contracorriente.
9. Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la solución acuosa que contiene vidrio soluble se comprime mediante por lo menos un medio de bombeo.
10. Uso de dióxido de carbono gaseoso como reactivo para producir un sellado a partir de una solución acuosa que contiene vidrio soluble según una o más de las reivindicaciones anteriores mediante inyección en un material de suelo.
11. Uso según la reivindicación 10, caracterizado por que se inyecta una mezcla del dióxido de carbono gaseoso y una solución acuosa que contiene vidrio soluble en un material de suelo.

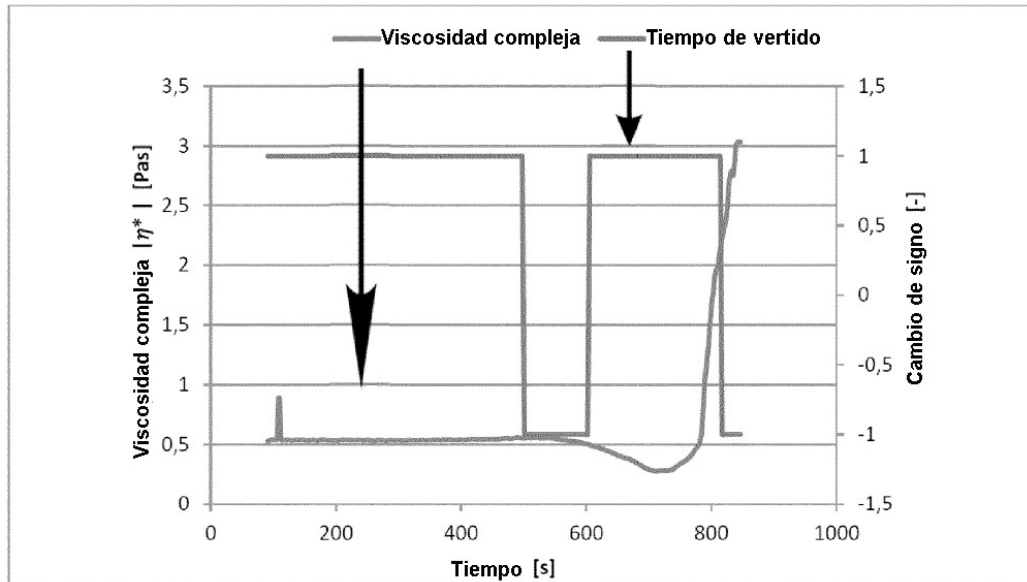


Fig. 1

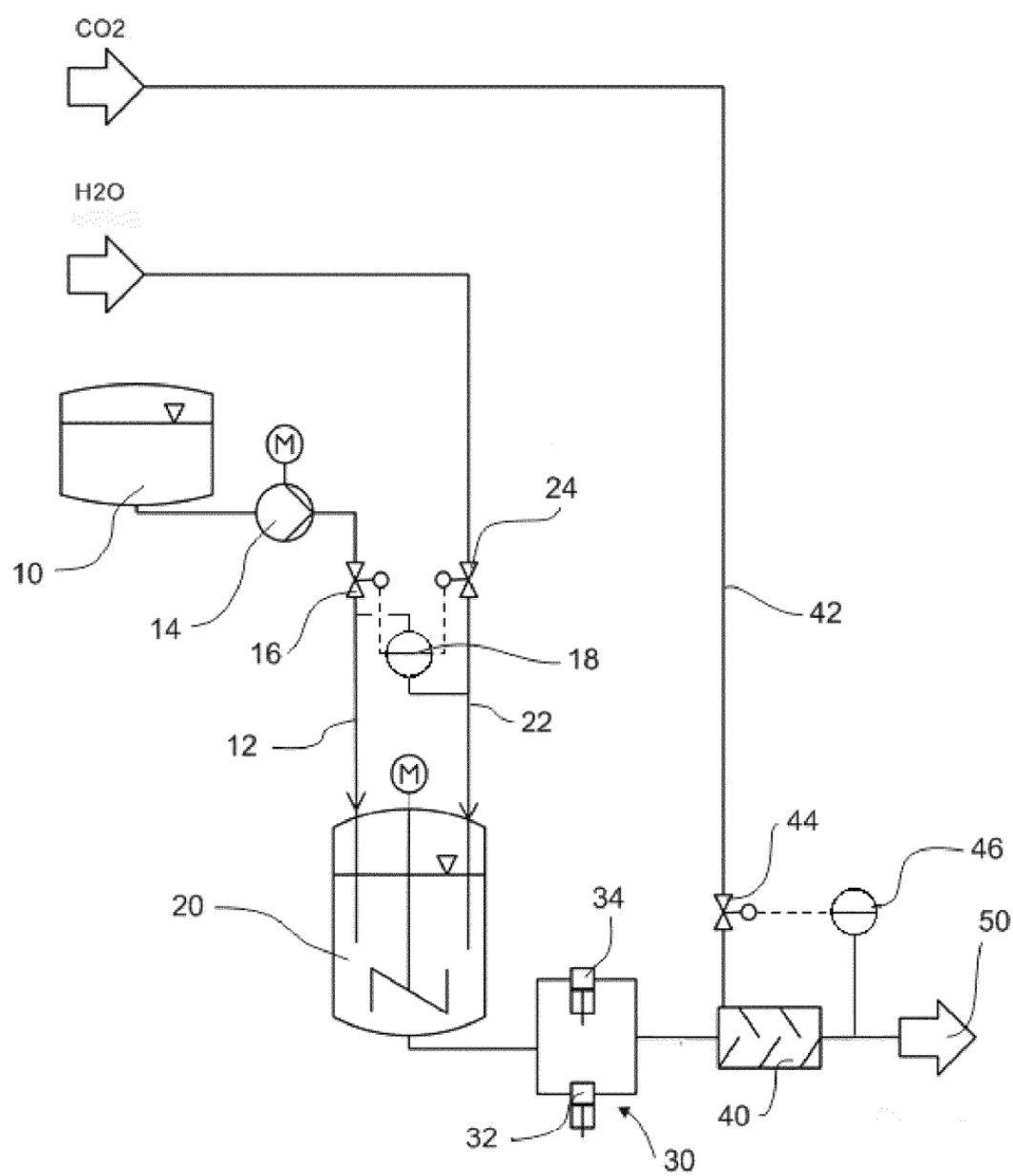


Fig.2

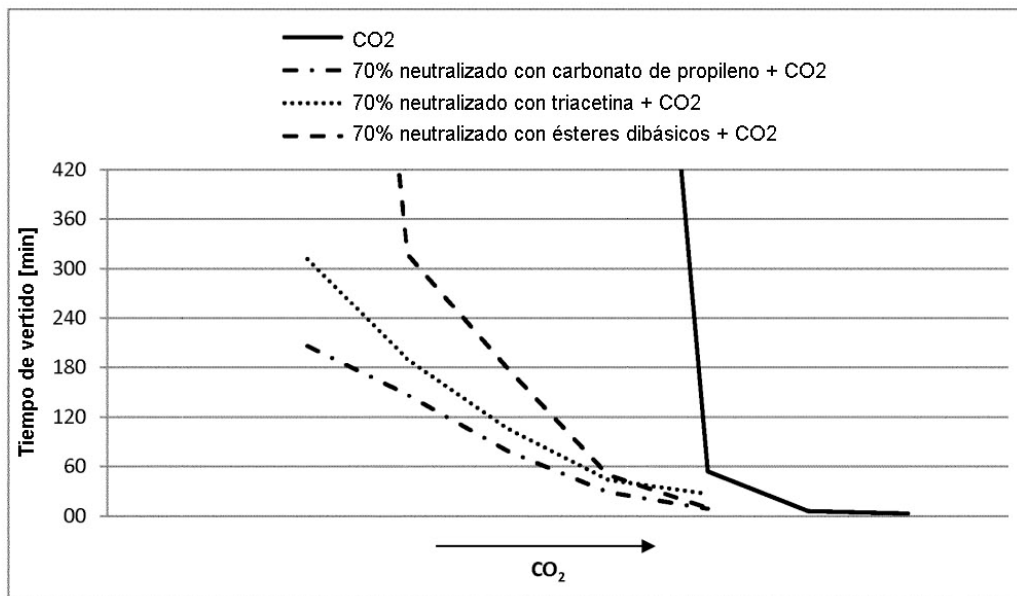


Fig. 3a

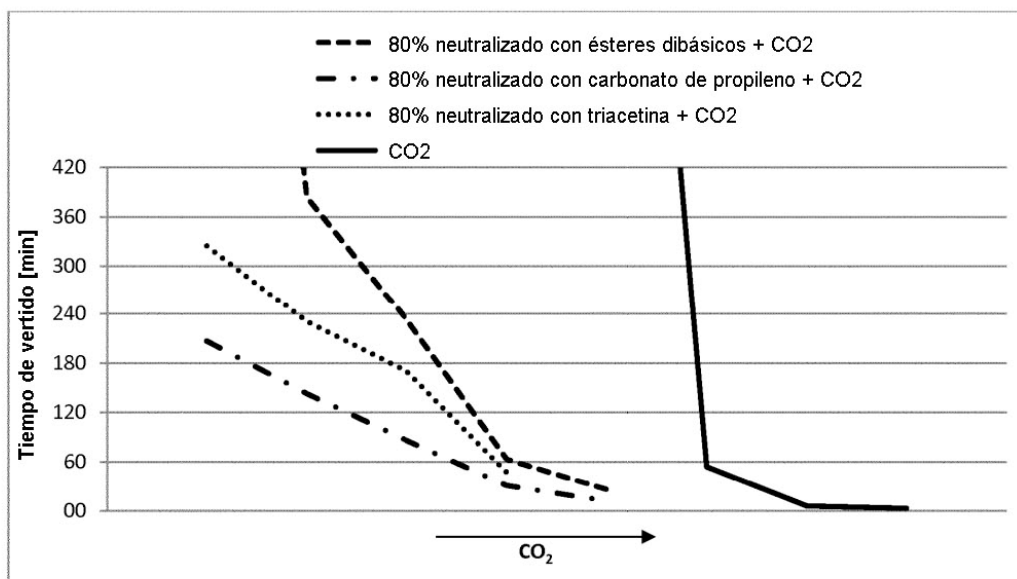


Fig. 3b