

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 223**

51 Int. Cl.:

C01G 23/047 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.10.2010 E 10776547 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.02.2015 EP 2488454**

54 Título: **Productos cementosos y artículos de fabricación que contienen dióxido de titanio dopado con carbono**

30 Prioridad:

14.10.2009 IT MI20091766

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

20.04.2015

73 Titular/es:

**ITALCEMENTI S.P.A. (100.0%)
Via G. Camozzi, 124
24121 Bergamo, IT**

72 Inventor/es:

**GUERRINI, GIAN, LUCA;
PERNICONE, NICOLA;
PINNA, FRANCESCO;
TREVISAN, VALENTINA;
CASSAR, LUIGI y
BOTTALICO, LUCA**

74 Agente/Representante:

ARIZTI ACHA, Monica

ES 2 534 223 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).

Productos cementosos y artículos de fabricación que contienen dióxido de titanio dopado con carbono

DESCRIPCIÓN

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere al campo de productos cementosos y artículos de fabricación que tienen actividad fotocatalítica.

10 Técnica anterior

El dióxido de titanio, en la forma cristalina anatasa del mismo, es un agente fotocatalítico conocido. En presencia de luz, cataliza la oxidación de diversos contaminantes presentes en la atmósfera, en particular hidrocarburos aromáticos, facilitando el proceso de reducción de los mismos (véase, por ejemplo Int. RILEM Seminar on Photocatalysis, Florence, 8-9 Oct 2007, Photocatalytic and Surface Abatement of Organic Hydrocarbons by Anatase).

Un inconveniente característico para la acción fotocatalítica de dióxido de titanio radica en que solo usa el componente ultravioleta de la luz del sol (aproximadamente un 4 % de la radiación) y, por lo tanto, es escasamente fotocatalíticamente activo, especialmente en entornos con poca luz del sol.

Para superar este inconveniente, se han realizado intentos de modificar el dióxido de titanio por dopado con otros elementos, que le permiten usar una parte más consistente de la luz del sol, es decir, el espectro de la luz visible, entre 400 y 700 nm. Para este fin, el dióxido de titanio se dopó con iones metálicos tales como lantano y hierro o con nitrógeno (por ejemplo, documentos EP1178011 y EP1254863). No obstante, las ventajas obtenidas son bastante escasas.

Otra solución radica en dopar dióxido de titanio con carbono; sin embargo, los métodos de dosificación respectivos (véase el documento US 2005/0226761, Kronos Inc.) son complejos y caros: en particular, requieren mezcla íntima de dióxido de titanio con compuestos que contienen carbono, por ejemplo azúcares; la mezcla se somete después a tratamientos térmicos caros (generalmente entre 250 y 400 °C) en una atmósfera oxidante: estos tratamientos provocan una pérdida considerable de material de carbono en forma de CO₂ y/o CO; el tratamiento requiere también sinterizar el fotocatalizador, con una considerable reducción del área superficial específica del mismo y, por lo tanto, la reducción de la actividad fotocatalítica; al final del tratamiento el producto debe someterse a molienda para poder usarlo. La posible mezcla con carbonos activos de gran área superficial resultó ser insuficiente para obtener productos considerablemente activos.

El documento US2005/227854 desvela un fotocatalizador basado en dióxido de titanio dopado con carbono útil en la preparación de hormigones; en este proceso, el compuesto dopante orgánico se descompone a 300 °C sobre la superficie de un precursor de dióxido de titanio. El documento US2008/011195 desvela productos cementosos que comprenden titanio dopado con carbono; también en este proceso un precursor de dióxido de titanio, por ejemplo oxidrato de titanio, se somete a un tratamiento a alta temperatura; se presenta el proceso de dopado realizado sobre dióxido de titanio tal cual (anatasa) para obtener un compuesto fotocatalíticamente inactivo.

De esta manera, surge aún la necesidad de productos cementosos y artículos de fabricación que contienen dióxido de titanio dopado, y por lo tanto activo en el espectro visible, que tengan una acción fotocatalítica alta y eficaz.

Sumario

Se ha observado ahora que irradiando el dióxido de titanio a una longitud de onda comprendida entre 300 y 400 nm y exponiéndolo simultáneamente a un flujo de gas que comprende un gas inerte y un compuesto orgánico, conduce a obtener dióxido de titanio con un alto contenido dopante, que tiene una acción fotocatalítica alta y eficaz. El producto obtenido de esta manera, añadido adecuadamente a materiales cementosos, permite obtener productos cementosos/artículos de fabricación que tienen las propiedades favorables anteriores.

Descripción de la Figura

Figura 1: Gráfico TYPO (oxidación a temperatura programada) de dióxido de titanio dopado de acuerdo con la invención.

Descripción detallada

El objeto de la presente patente es un proceso para obtener dióxido de titanio dopado con carbono, caracterizado por irradiar dióxido de titanio, expuesto a un flujo de gas que comprende un gas inerte y un compuesto orgánico, a

una longitud de onda comprendida entre 300 y 400 nm; la protección conferida se extiende a cualquier producto obtenido directamente mediante tal proceso.

La expresión "dióxido de titanio dopado con carbono" identifica un dióxido de titanio que contiene carbono: este último puede estar presente en el estado elemental y/o en forma de sustancia orgánica. El contenido de carbono (contenido de dopante) se expresa como un porcentaje en peso de carbono elemental con respecto al peso de dióxido de titanio dopado: puede medirse por métodos conocidos tales como oxidación a temperatura programada, como se muestra en la parte experimental. El presente proceso es particularmente (aunque no exclusivamente) adecuado para obtener un contenido de dopante comprendido entre el 0,03 % y el 5 %, preferentemente entre el 0,3 y el 3 %, más preferentemente entre el 1 y el 1,6 %.

La expresión "acción fotocatalítica elevada" significa la capacidad de obtener, en valores absolutos, una reducción elevada de contaminantes bajo irradiación visible (midiéndose dicha actividad convencionalmente como % de conversión de NO de acuerdo con el método definido más adelante). Se cree que esta capacidad depende principalmente de la cantidad de carbono de dopado presente en el TiO₂ de la presente invención.

La expresión "acción fotocatalítica eficaz" significa la capacidad de obtener, comparativamente, una mayor reducción de contaminantes bajo irradiación visible (convencionalmente medida como % de conversión de NO, de acuerdo con el método definido más adelante) con respecto a un TiO₂ convencional que contiene el mismo % de carbono dopante. Se cree que esta capacidad depende principalmente de las modificaciones físicas del TiO₂, provocadas por el proceso de dopado con carbono de la presente invención.

El dióxido de titanio usado como el reactivo inicial puede ser cualquier dióxido de titanio disponible en el mercado, presente al menos parcialmente en forma de anatasa; normalmente se usa en forma de polvo; convenientemente, tiene un valor de área superficial específica BET correspondiente al deseado en el producto dopado final: tal valor, según las necesidades, puede seleccionarse dentro del intervalo entre 10 y 450 m²/g, preferentemente entre 50 y 450 m²/g, más preferentemente entre 300 y 350 m²/g, por ejemplo, 330 m²/g.

El método se encontró particularmente útil para producir dióxido de titanio dopado con carbono que tiene un área superficial específica BET comprendida entre 255 y 400 m²/g, preferentemente entre 255 y 400 m²/g.

El compuesto orgánico contenido en el flujo gaseoso (definido también en este documento como un compuesto de carbono) puede seleccionarse entre aquellos fácilmente vaporizables, que pueden transportarse convenientemente por un flujo gaseoso; no hay límites adicionales respecto a la estructura química de este compuesto: por ejemplo, pueden usarse posiblemente hidrocarburos o derivados del mismo posiblemente funcionalizados con grupos tales como alquilo, hidroxilo, formilo, acetilo, carboxilo, alcóxicarbonilo, arilóxicarbonilo, amino, alquilamino, tio, alquiltio, etc.: los ejemplos de productos preferidos son tolueno, benceno, xileno, naftaleno, derivados de los mismos y mezclas de los mismos; un ejemplo particularmente preferido es etilbenceno.

El vehículo gaseoso usado para transportar los compuestos mencionados anteriormente es un gas inerte, por ejemplo nitrógeno, helio, argón, etc., o mezclas de los mismos, posiblemente mezclados con otros gases; por ejemplo es posible por conveniencia, usar aire: sin embargo, la presencia de gases reactivos (oxígeno u otros) como componentes del gas portador no es indispensable de ninguna manera, en tanto que el presente proceso no requiere la oxidación del compuesto orgánico; en una realización específica de la invención, el gas portador está constituido exclusivamente de uno o más gases inertes.

La velocidad del flujo gaseoso puede seleccionarse adecuadamente dependiendo de la cantidad de dióxido de titanio a tratar, por ejemplo, para cantidades del orden de 100-200 mg, se usan flujos preferentemente comprendidos entre 5 y 30 cm³/min; evidentemente, los flujos aplicados y las concentraciones de compuestos orgánicos pueden aumentarse o reducirse, cuando se tienen que tratar cantidades de dióxido de titanio respectivamente mayores o menores. Por ejemplo, en el caso de procesos a escala industrial, las concentraciones de compuestos orgánicos pueden estar comprendidas entre 500 y 10.000 ppm.

El flujo de gas portador puede asegurarse por sistemas conocidos (bombas, recipientes presurizados, etc.), adecuadamente controlados y posiblemente corregidos mediante sistemas conocidos. En particular, el sistema dopante puede incluir analizadores capaces de evaluar la cantidad de compuesto de carbono presente en el gas portador antes y después del contacto con el dióxido de titanio. El diferencial entre las dos concentraciones, en particular la variación de este valor con el tiempo, indica el progreso del proceso de dopado: un diferencial variable con el tiempo indica que el proceso está en curso; un diferencial estable y diferente de cero indica que no hay dopado en progreso.

El modo de contacto entre el gas y el dióxido de titanio no es crucial por sí mismo y puede variarse adecuadamente con disposiciones de reactor bien conocidas por los expertos en la materia.

Un aspecto importante del presente proceso radica en la irradiación del dióxido de titanio, que debe ocurrir

simultáneamente con el flujo de compuesto de carbono sobre el mismo. Se encontró que la irradiación era importante para obtener un dopado adecuado del dióxido de titanio, obteniendo un contenido de dopado consistente y estable. La irradiación se realiza en una banda específica de luz ultravioleta, que está comprendida entre las longitudes de onda de 300 y 400 nm. Se usan para tal fin lámparas de la potencia adecuada, colocadas a una distancia adecuada del dióxido de titanio, por ejemplo entre 5 y 25 cm o incluso sumergidas en el mismo. La intensidad de irradiación sobre el dióxido de carbono está comprendida preferentemente entre 10 y 1000 W/m².

La temperatura de tratamiento, es decir, la del entorno de reacción y del dióxido de carbono, no es crucial; por ejemplo, puede ser menor de 50 °C, incluyendo, convenientemente, la temperatura ambiente. Los intervalos de temperatura útiles son por ejemplo 10-50 °C o 20-40 °C, etc. La temperatura de reacción puede controlarse proporcionando al reactor en el que ocurre el contacto entre el dióxido de titanio y el gas portador, con un termostato; la mezcla gaseosa sometida al flujo se usa en un intervalo de temperatura tal que la temperatura en el reactor se mantiene en el intervalo deseado. El proceso se realiza dentro de una cantidad de tiempo adecuada, por ejemplo entre 100 y 400 minutos, hasta que alcanza el contenido de dopado deseado.

El dióxido de titanio dopado de acuerdo con el método descrito en este documento es particularmente útil para preparar productos cementosos/artículos de fabricación que tienen una actividad fotocatalítica de larga duración. Dichos productos cementosos pueden obtenerse añadiendo el dióxido de titanio dopado mencionado anteriormente a una composición cementosa adecuada; la composición cementosa puede ser un mortero, un hormigón, un yeso, un revestimiento, una pintura cementosa y similares; el dióxido de titanio puede incorporarse en proporciones variables según las necesidades, por ejemplo entre el 1 y el 10 % en peso, con respecto a la composición en el estado seco. Los artículos cementosos de fabricación se obtienen mediante la colada y el endurecimiento adecuados de los productos cementosos descritos anteriormente. A modo de ejemplo no limitante, el artículo de fabricación puede ser una pared, una bóveda de cañón, un suelo o un elemento del mismo (por ejemplo una baldosa, bloque, etc.), un elemento arquitectónico (por ejemplo un tejado, una columna, la fachada de un edificio, etc.).

La invención se ilustra en el presente documento de una manera no limitante mediante los siguientes ejemplos.

Parte experimental

Ejemplo 1

Preparación de dióxido de titanio dopado

Condiciones de operación:

Dióxido de titanio: anatasa, PC-500 (Millenium)
150 mg (diámetro promedio 0,2-0,3 mm/malla 50-70).
Composición del gas: oxígeno-helio 3:1
Concentración de etilbenceno: 1000 ppm
Caudal: 16 cm³/min
Longitud de onda de irradiación: 315-400 nm.
Intensidad de irradiación: 20-21 W/m²
Temperatura del reactor: 45 °C

El reactor se fabrica con un soporte de muestra con forma de U (altura de aproximadamente 15 cm; diámetro interno promedio 2 mm). A una distancia de aproximadamente 15 cm se pone una lámpara UV de 125 W con vapores de Hg (mod. GN 125, Helios Interquartz) irradiándola en la parte delantera.

Se ponen cerca de la muestra una sonda de UV para medir la intensidad de irradiación (W/m²) y un termopar para medir la temperatura. El reactor está provisto de una derivación para analizar la mezcla gaseosa antes y después de la muestra, registrando las concentraciones respectivas de etilbenceno. La mezcla gaseosa se analiza por análisis de cromatográfico de gases (columna PORAPAK Q).

Al principio, el reactor se coloca en derivación: el saturador se abre y la mezcla de reacción se transporta (1000 ppm EB + O₂ + He). Una vez que el sistema se ha estabilizado (valores EB constantes), el reactor se inserta transportando la mezcla sobre la muestra irradiada. No se detecta hidrocarburo tras la salida del reactor, lo que significa que el dopado está en progreso. Después de un periodo de tiempo dado, el hidrocarburo de salida vuelve a ser medible, aumentando hasta que alcanza un valor constante; esto indica que el proceso de dopado se ha completado.

Ejemplo 2

Evaluación del grado de dopado.

El análisis de oxidación a temperatura programada se realiza para cuantificar la presencia de carbono en la muestra tratada en el ejemplo 1. El procedimiento comprende calentar la muestra bajo un flujo de una mezcla oxidante (5 % O₂/He) y analizar continuamente la cantidad de oxígeno consumido. Se registra de esta manera una banda correspondiente a la oxidación de los diferentes componentes oxidables presentes. El área por debajo de la banda, correspondiente al oxígeno consumido, se calibra adecuadamente usando una muestra conocida.

El sistema está provisto de un regulador de flujo conectado a un cilindro de mezcla oxidante 5 % O₂. El reactor se forma con un soporte de muestra con forma de U fabricada de cuarzo insertado en un horno conectado a un programador de temperatura (Eurotherm 808). La temperatura de la muestra se mide mediante un termopar insertado en la propia muestra. Se pone una trampa llena con sosa cáustica y anhídrona (que permite bloquear el CO₂ y el H₂O formados durante la reacción) después de los porta-muestras. El gas de salida se transporta a un detector de termoconductividad conectado mediante interfaz con un ordenador.

Condiciones operativas:

Cantidad de muestra: 50 mg (diámetro promedio 0,2-0,3 mm/malla 50-70)

Caudal: 40 cm³/min

Velocidad de calentamiento: 10 °C/min hasta 800 °C

El ensayo de oxidación realizado sobre el producto del ejemplo 1 reveló la presencia de carbono en una cantidad del 1,3 %.

Ejemplo 3*Caracterización del producto*

El área superficial específica BET del dióxido de titanio se determinó por adsorción de nitrógeno, antes y después de realizar el proceso de dopado en el ejemplo 1. El valor de ambas mediciones era el mismo, equivalente a 330 m²/g. De esta manera, el método de dopado usado no provocó ninguna reducción del área superficial específica del fotocatalizador.

Se verificó al mismo tiempo el efecto producido sobre el área superficial específica por el tratamiento térmico descrito por el documento US 2005/0226761. El área superficial específica antes y después de tal tratamiento térmico era respectivamente equivalente a 330 m²/g y 160 m²/g. El método descrito en el documento US 2005/0226761 condujo por tanto a una reducción del área superficial específica del fotocatalizador equivalente a 170 m²/g.

Ejemplo 4*Evaluación de la actividad fotocatalítica de TiO₂ dopado con carbono.*

El sistema está provisto de dos reguladores de flujo conectados respectivamente a un cilindro con 1000 ppb de NO/aire y a una bombona de aire. De tal manera, mediante dilución adecuada, es posible transportar al analizador de NO_x una mezcla que tiene una concentración conocida de NO/aire (aproximadamente 100 ppb NO/aire, obtenida diluyendo 1/10 de la mezcla inicial). La parte del sistema relativa al reactor está formada por un soporte de muestra con forma de U (altura aproximadamente 15 cm, diámetro interno 2 mm).

Una lámpara visible (bajo consumo, 14 W), que irradia en la parte delantera se coloca a una distancia de aproximadamente 15 cm. Una sonda visible (400-1050 nm) para medir la intensidad de irradiación (W/m²) y un termopar para medir la temperatura se colocan cerca de la muestra. El reactor está provisto de una derivación para analizar la mezcla gaseosa antes y después de la muestra, registrando las concentraciones respectivas de NO. El reactor se mantiene cubierto para evitar que la luz alcance la muestra antes de iniciarse la reacción.

Después de precalentar el analizador y antes de iniciarse la medición, toda la línea y la muestra se limpian en un flujo de aire cromatográfico (al menos 1000 ml/min). Después la mezcla de reacción se transporta a la derivación.

Una vez que el sistema se ha estabilizado, la mezcla de NO/aire se transporta a la muestra. Tras la estabilización del valor de NO leído (NO_{inicial}), la lámpara de luz visible se enciende, el reactor se descubre y la muestra se irradia. Se observa una reducción rápida del NO, alcanzando un valor mínimo (NO_{mínimo}) a los pocos minutos. El % de conversión de NO se calcula de acuerdo con los valores de NO_{inicial} y NO_{mínimo}, de acuerdo con la fórmula:

$$\% \text{ conversión} = \frac{[\text{NO}_{\text{inicial}} - \text{NO}_{\text{mínimo}}]}{\text{NO}_{\text{inicial}}} \times 100$$

Condiciones operativas:

Cantidad de muestra:	100 mg (malla 50-70)
Caudal:	1000 ml/min total
Intensidad de irradiación:	7 W/m ²
Temperatura:	23-25 °C

5 El producto dopado obtenido de acuerdo con el ejemplo 1, sometido al ensayo de actividad fotocatalítica mencionado anteriormente, reveló una conversión del 88 % de NO, mostrando de esta manera una elevada acción fotocatalítica.

10 Se preparó simultáneamente un producto adicional usando los mismos métodos y componentes del ejemplo 1, con la única diferencia de que la mezcla (O₂ + He) se sustituyó por nitrógeno. Este producto, ensayado en las mismas condiciones operativas, reveló una conversión del 91 % de NO. Este resultado, aparte de confirmar la alta acción fotocatalítica del TiO₂ de acuerdo con la invención, muestra además que la presencia de oxígeno en el portador no contribuye a la obtención del producto dopado de acuerdo con la invención.

Ejemplo 5

15 *Evaluación de la actividad fotocatalítica de TiO₂ dopado con carbono (aumento a escala industrial)*

20 Basándose en el ejemplo 1, se proporcionó un reactor de lecho fluidizado para aumentar de escala el proceso de acuerdo con la presente invención. El reactor consistía en 11 matraces equipados con una paleta rotatoria flexible de polietileno y un tubo de teflón (4 mm) para hacer fluir gas sobre el TiO₂; el reactor se irradió con una fuente de UVA (aproximadamente 45 W/m²).

25 El polvo de TiO₂ se introdujo en el reactor y se mantuvo allí con agitación constante con una velocidad de 30 rpm. El polvo se trató como se ha descrito en el ejemplo 1, durante un tiempo de 5 horas, seguido de un tratamiento térmico (140 °C durante 2 horas) para desorber el etilbenceno no reaccionado. Los vapores de etilbenceno se generaron mediante un burbujeador usando aire cromatográfico o nitrógeno como gas portador.

Condiciones operativas:

- 30 Dióxido de titanio (anatasa PC-105, Millenium)
- Composición de gas portador: nitrógeno/aire cromatográfico
- Concentración de etilbenceno: vapor saturado
- 35 Longitud de onda de irradiación: 315-400 nm
- Temperatura del reactor: 30 °C.

Ejemplo 6

40 *Evaluación de la actividad fotocatalítica de TiO₂ dopado con carbono (ensayo comparativo)*

45 Este ensayo se realizó para comparar la eficacia fotocatalítica de un producto de acuerdo con la invención con un dióxido de titanio dopado con carbono comercial disponible en el mercado (Kronos vlp 7000). Para trabajar con muestras comparables, se produjo un producto de la invención, que tenía un contenido de nitrógeno tan parecido como fuera posible al del producto comercial.

50 Para este fin, el contenido de carbono del Kronos vlp 7000 se ensayó en primer lugar en un horno de inducción (ELTRA CS-800) en una corriente de O₂ a 2000 °C de acuerdo con la norma EN 13639. La banda prohibida se calculó aplicando la función de Kubelka-Munch a los espectros de absorbancia obtenidos a partir de un espectrofotómetro de tipo Perkin Elmer UV/Vis (Espectrofotómetro Lambda 2) equipado con una esfera de integración. El resultado indicaba un contenido total de carbono orgánico del 0,22 %.

55 Posteriormente, siguiendo el procedimiento general ilustrado en el ejemplo 5, adaptando los parámetros de irradiación/tratamiento de gas (gas portador = etilbenceno + aire) se produjo un dióxido de titanio dopado con carbono de la invención (muestra A) que, sometido al procedimiento de evaluación de carbono anterior, mostró un contenido orgánico total del 0,19 %.

Después se ensayó y se midió la actividad fotocatalítica de las dos muestras en base a la norma UNI 11247,

aplicando las siguientes modificaciones:

- 5 - la muestra se formó exclusivamente de polvo de TiO₂ (5 g), dispersado uniformemente sobre una superficie de 61 cm².
- se usó una lámpara de tipo fluorescente de bajo consumo de luz visible (Osram Dulux Superstar de 24 W de luz fría) con intensidad de irradiación UV 0,16 W/m² y una iluminación de 4000 lux.
- 10 - el % de conversión de NO se calculó de acuerdo con los valores de NO_{inicial} y NO_{mínimo}, de acuerdo con la fórmula:

$$\% \text{ conversión de NO} = [(\text{NO}_{\text{inicial}} - \text{NO}_{\text{mínimo}}) / \text{NO}_{\text{inicial}}] \times 100$$

Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

15

	% TOC (contenido orgánico total)	% conversión NO
Muestra A	0,19	32,0 %
Kronos 7000 vlp (referencia)	0,22	19,5 %

Como es evidente, la muestra A producida de acuerdo con la presente invención mostró un % de conversión de NO mucho mayor en comparación con el producto de referencia. Se muestra de esta manera una acción fotocatalíticamente eficaz.

20

Ejemplo 7

Evaluación de la actividad fotocatalítica de TiO₂ dopado con carbono de la invención dentro de especímenes cementosos.

25

Estos ensayos se realizaron para verificar si y en qué extensión la eficacia fotocatalítica medida anteriormente del TiO₂ dopado con carbono de la invención se mantiene cuando éste último se mezcla con materiales cementosos en productos fotocatalíticos/artículos de fabricación.

30

De esta manera, se preparó un aglutinante fotocatalítico cementoso usando cemento Rezzato blanco CEM I 52,5 (de acuerdo con la norma UNI 197/1), que contenía un 3 % de TiO₂ dopado con carbono preparado de acuerdo con el ejemplo 5 (PC-105-etilbenceno-aire). El aglutinante se convirtió en un mortero, a partir de la cual se formaron especímenes cementosos, destinados a caracterización fotocatalítica de acuerdo con el ensayo de conversión de NO descrito anteriormente. Los especímenes se prepararon de acuerdo con el método de mortero convencional (EN 196) usando las siguientes condiciones:

35

- aglutinante que contiene fotocatalizador: 450 g
- 40 - arena normal CEN: 1350 g
- agua: 225 g
- forma/dimensiones de la muestra: paralelepípedo 80x80x10 mm.

45

Todos los especímenes se produjeron y después se maduraron durante 28 días en condiciones controladas de temperatura y humedad (T 20 °C, HR > 95 %). Después del madurado, los especímenes se ensayaron en el ensayo de conversión de NO descrito anteriormente. Las muestras de la invención mostraron una conversión de NO del 23 %, confirmando de esta manera una elevada acción fotocatalítica.

50

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso para obtener dióxido de titanio dopado con carbono, **caracterizado por** irradiar dióxido de titanio expuesto a un flujo de gas que comprende un gas inerte y un compuesto orgánico, a una longitud de onda comprendida entre 300 y 400 nm.
2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la intensidad de irradiación del dióxido de titanio está comprendida entre 10 y 1000 W/m².
- 10 3. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1-2, en el que el compuesto orgánico se elige entre tolueno, benceno, xileno, naftaleno, derivados de los mismos y mezclas de los mismos.
4. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1-3, en el que el compuesto orgánico es etilbenceno.
- 15 5. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1-4, en el que el flujo de gas incluye el compuesto orgánico a una concentración comprendida entre 500 y 10000 ppm.
- 20 6. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1-5, en el que el dióxido de titanio dopado tiene un valor de área superficial específica BET comprendido entre 10 y 450 m²/g.
7. Proceso de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el dióxido de titanio dopado tiene un valor de área superficial específica BET comprendido entre 300 y 350 m²/g.
- 25 8. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1-7, en el que el dióxido de titanio dopado tiene un contenido de carbono comprendido entre el 0,03 % y el 5 % en peso.
9. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1-8, en el que el dióxido de titanio dopado tiene un contenido de carbono comprendido entre el 0,3 % y el 3 % en peso.
- 30 10. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1-9, en el que el dióxido de titanio dopado tiene un contenido de carbono comprendido entre el 1 % y el 1,6 % en peso.

FIGURA 1

