



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 573 280

51 Int. Cl.:

C23C 18/12 (2006.01) C23C 18/14 (2006.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

**T3** 

- (96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 25.02.2013 E 13717561 (8)
   (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 23.03.2016 EP 2820170
- (54) Título: Conjunto de preparación de revestimiento de zeolita y procedimiento de funcionamiento
- (30) Prioridad:

#### 28.02.2012 TR 201202254

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **07.06.2016** 

(73) Titular/es:

INVENTRAM FIKRI MULKIYET HAKLARI YONETIM TICARET VE YATIRIM ANONIM SIRKETI (100.0%) Nakkastepe, Aziz Bey Sokak No: 1, Kuzguncuk 34764 Istanbul, TR

(72) Inventor/es:

SENATALAR, AYSE y TATLIER, MELKON

(74) Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

### **DESCRIPCIÓN**

Conjunto de preparación de revestimiento de zeolita y procedimiento de funcionamiento.

#### 5 Campo de la invención

10

15

20

45

50

55

La presente invención se refiere a un conjunto de preparación de revestimiento de zeolita y a un procedimiento de funcionamiento en el que adsorbentes de zeolita se recubren mediante un proceso de cristalización sobre diversas superficies calentadas por inducción.

#### Antecedentes de la invención

Las zeolitas se sintetizan a partir de una mezcla de reacción por medio de cristalización hidrotérmica. Se prepara una mezcla de reacción mezclando proporciones adecuadas de los reactantes requeridos con el fin de obtener el tipo de zeolita buscado. Cuando se calienta esta mezcla, al final de determinados periodos de tiempo, se forman núcleos de cristales de zeolita y entonces los cristales empiezan a crecer. Cuando existe un sustrato en el medio sumergido en la mezcla de reacción, los núcleos/cristales a menudo se unen químicamente con este sustrato y forman un revestimiento de zeolita que se une fuertemente al mismo. Las propiedades de este revestimiento dependen de la composición de la mezcla de reacción que se utiliza y de las condiciones experimentales tales como el mezclado, el tiempo y la temperatura de reacción. La utilización de disoluciones diluidas como mezcla de reacción en vez de geles altamente viscosos utilizados en síntesis de zeolita convencionales tiene un efecto positivo sobre la calidad del revestimiento.

Puesto que las zeolitas son materiales metaestables, una fase de zeolita sintetizada a partir de una composición de reacción se transforma en otras fases tras tiempos de reacción más prolongados. Esta situación impide que los revestimientos sean suficientemente gruesos cuando se utiliza el procedimiento de síntesis de etapa única convencional para muchas fases de zeolita. En los casos en que no se produce una transformación de fases metaestables, puesto que la composición de la disolución cambia a medida que aumenta el tiempo, como resultado de la actividad de cristalización en la disolución de reacción, preparar un revestimiento grueso todavía no es fácil.

Los procedimientos de múltiples etapas que pueden utilizarse para la preparación de revestimientos gruesos no son prácticos ni económicos. Adicionalmente, la resistencia de los revestimientos gruesos también es baja cuando se utilizan estos procedimientos y los revestimientos presentan una estructura muy compacta que dificultará la difusión.

En el procedimiento de calentamiento directo del sustrato mediante conducción, en el que el sustrato se calienta con la ayuda de una resistencia (una de las aplicaciones del estado de la técnica), la disolución de reacción se mantiene a una temperatura que es menor que la temperatura de reacción con la ayuda de un baño de agua. De esta manera, la transformación de fases de la zeolita se retrasa largos periodos de tiempo y por tanto pueden obtenerse revestimientos más gruesos en comparación con los procedimientos convencionales. Estos revestimientos también presentan una estructura abierta, alto coeficiente de difusión y estabilidad relativamente superior que son necesarias para muchas aplicaciones, especialmente para aplicaciones de bomba de calor de adsorción.

Existen diversos artículos en la bibliografía relacionados con el calentamiento directo de los materiales de sustrato utilizando el procedimiento de calentamiento mediante conducción: "Erdem-Şenatalar, A., Tatlier, M., Ürgen, M., "Preparation of Zeolite Coatings by Direct Heating of the Substrates", Microporous and Mesoporous Materials, 32(3), 331-343 (1999)"; "Tatlier, M., Erdem-Şenatalar, A., "The Stability of Zeolite Coatings Grown on Metal Supports for Heat Pump Applications", Studies in Surface Science and Catalysis, Vol. 125, Elsevier, Ámsterdam, 101-108 (1999)"; "Tatlier, M., Tantekin-Ersolmaz, Ş.B., Erdem-Şenatalar, A., "Diffusivities of Zeolite Coatings", (Proc. 13<sup>th</sup> International Zeolite Conference, 2001, Montpellier, Francia), A. Galarneau, F.Di Renzo, F. Fajula, J. Vedrine (ed.), Studies in Surface Science and Catalysis, Vol. 135, Elsevier, Ámsterdam, 3249-3256 (2001)"; "Erdem-Şenatalar, A., Öner, K., Tatlier, M., "Searching for Clear Solution Compositions by Using the Substrate Heating Method", Studies in Surface Science and Catalysis, Vol. 154 partes A-C, 667-670 (2004)"; Tatlier, M., Erdem-Şenatalar, A., "Estimation of the Effective Diffusion Coefficients in Open Zeolite Coatings", Chemical Engineering Journal, 102(3), 209-216 (2004)"; "Tatlier, M., Demir, M., Tokay, B., Erdem-Şenatalar, A., Kiwi-Minsker, L., "Substrate Heating Method for Coating Metal Surfaces with High-Silica Zeolites: ZSM-5 Coatings on Stainless Steel Plates", Microporous and Mesoporous Materials, 101(3), 374-380 (2007)"; Schnabel, L., Tatlier, M., Schmidt, F., Erdem-Şenatalar, A., "Adsorption Kinetics of Zeolite Coatings Directly Crystallized on Metal Supports for Heat Pump Applications", Applied Thermal Engineeiing, 30(11/12), 1409-1416 (2010)".

El documento de patente internacional n.º WO2010120738, una solicitud conocida en la técnica, da a conocer un procedimiento de recubrir una superficie de metal con un revestimiento de metal protector que presenta un punto de fusión inferior. Tras calentar la superficie que va a recubrirse hasta el punto de fusión del revestimiento de metal en un calentador de inducción de alta frecuencia, el revestimiento de metal derretido se aplica inmediatamente sobre la superficie calentada.

65 El documento de patente china n.º CN101754508, una solicitud conocida en la técnica, da a conocer un calentador de inducción utilizado para recubrir superficies de acero. El sistema incluye calentadores de inducción

independientes y sobre las partes superiores de las misas bobinas de cobre. Se proporcionan boquillas de agua en los extremos de cabeza y los extremos de cola de las bobinas de inducción. Dicho calentador presenta una estructura sencilla y una eficacia alta.

El documento de patente japonesa n.º JP2006256066, una solicitud del estado de la técnica, da a conocer un procedimiento para recubrir la superficie de un sustrato con una resina. Durante el revestimiento, la resina adquiere la forma de la superficie y esta forma puede mantenerse. En el proceso de contacto utilizado en el procedimiento, se garantiza que el material que contiene una resina termoplástica entra en contacto con la superficie del sustrato conductor. Entonces se aumenta la temperatura de la superficie del sustrato por medio del calentador de inducción.

XU X *et al.*: "Synthesis of a high-permeance NaA zeolite membrane by microwave heating", ADVANCED MATERIALS, vol. 12, n.º 3, 195-198 (2000) dan a conocer la formación de un revestimiento de zeolita sobre un sustrato a través de la aplicación de radiación de microondas.

#### 15 Sumario de la invención

20

35

40

45

50

60

El objeto de la presente invención se refiere a un conjunto de preparación de revestimiento de zeolita y a un procedimiento de funcionamiento mediante el cual se acorta el procedimiento de síntesis debido al calentamiento por inducción y de esta manera se ahorra tiempo.

Otro objeto de la presente invención se refiere a un conjunto de preparación de revestimiento de zeolita y a un procedimiento de funcionamiento, mediante el cual se consigue ahorro de material ya que no se utilizan resistencias de calentamiento grandes ni reactores complicados, y que por tanto resulta más económico.

- Un objeto adicional de la presente invención se refiere a un conjunto de preparación de revestimiento de zeolita y a un procedimiento de funcionamiento para preparar un revestimiento de zeolita con grosor deseado en periodos de tiempo más cortos en relación con los procedimientos conocidos.
- Otro objeto de la presente invención se refiere a un conjunto de preparación de revestimiento de zeolita y a un procedimiento de funcionamiento en el que se obtienen los revestimientos de forma más gruesa y más estable utilizando un sistema de reacción más práctico y adecuado.

Otro objeto de la presente invención se refiere a un conjunto de preparación de revestimiento de zeolita y a un procedimiento de funcionamiento en el que se permite la producción en masa.

## Descripción detallada de la invención

Un "conjunto de preparación de revestimiento de zeolita y procedimiento de funcionamiento" desarrollados para cumplir el objeto de la presente invención se ilustra en las figuras adjuntas, en las que;

la figura 1 es la vista esquemática del conjunto de revestimiento de zeolita.

la figura 2 es la representación del cambio en la temperatura del sustrato (4) según la distancia entre el sustrato (4) y la bobina (6).

la figura 3 es la representación del cambio en la temperatura de la disolución (4) según la distancia entre el sustrato (3) y la bobina (6).

A cada uno de los componentes mostrados en la figura se le asigna un número de referencia tal como sigue:

- 1. Conjunto de revestimiento de zeolita
- 2. Reactor
- 55 3. Disolución de síntesis
  - 4. Sustrato
  - 5. Dispositivo de inducción
  - 6. Bobina
    - 7. Tanque de alimentación
- 8. Intercambiador de calor

- 9. Bomba
- 10. Conducto de conexión

#### 5 S. Baño de agua

20

30

35

40

El conjunto (1) de revestimiento de zeolita inventivo según la reivindicación 1 comprende:

- al menos un reactor (2) en el que se lleva a cabo la reacción y que es un depósito con una tapa en la parte 10 superior.
  - disolución (3) de síntesis que se carga en el reactor (2) y que incluye los reactantes que se utilizan para preparar el revestimiento de zeolita.
- 15 al menos un sustrato (4) que se sumerge en la disolución de síntesis (3) y que está preferiblemente en forma de una placa plana,
  - al menos un dispositivo de inducción (5) que está ubicado fuera del reactor (2) y está colocado cerca del reactor (2) de manera que el campo magnético que genera haciendo pasar corriente eléctrica sobre su bobina (6) se ubica a una distancia que afectará al sustrato (4) dentro del reactor (2),
  - al menos un tanque de alimentación (7) en forma de un depósito mediante el cual una parte de la disolución de síntesis (3) se mantiene fuera del reactor (2),
- 25 al menos un intercambiador de calor (8) que está directa o indirectamente en contacto con el tanque de alimentación (7) y que cambia la temperatura de la disolución de síntesis (3) dentro del tanque de alimentación (7),
  - al menos una bomba (9) que permite la circulación de la disolución de síntesis (3) a través de un conducto (10) de conexión que se encuentra entre el tanque de alimentación (7) y el reactor (2).

En la forma de realización preferida de la invención, la temperatura de la disolución de síntesis (3) se cambia por medio de un baño de agua (S) en el que se sumerge el tanque de alimentación (7), de tal manera que el intercambiador de calor (8) no entra en contacto directamente la disolución de síntesis (3) de modo que la composición guímica de la disolución de síntesis (3) no resulta afectada.

En la forma de realización de la invención, se utiliza un reactor (2) compuesto por un material con una conductividad eléctrica baia para impedir la formación de zeolita sobre las paredes del reactor (2) y para impedir que el reactor (2) calentado caliente innecesariamente la disolución de síntesis (3).

En la forma de realización de la invención, se prepara la disolución de síntesis (3) diluida con el fin de meiorar la calidad del revestimiento.

- En la forma de realización preferida de la invención, con el fin de impedir la transformación de fases metaestables y 45 de permitir la preparación de revestimientos gruesos, se ajusta la temperatura del baño de agua (S) para mantener la temperatura de la disolución de síntesis (3) en el reactor (2) a un valor deseado que es menor que la temperatura del sustrato (4).
- En la forma de realización preferida de la invención, se utiliza un sustrato (4), que presenta una conductividad eléctrica alta y está compuesto preferiblemente por un material ferromagnético, con el fin de mejorar el efecto del 50 campo magnético generado por el dispositivo de inducción (5) sobre la formación del revestimiento.
  - En la forma de realización preferida de la invención, se sumerge verticalmente el sustrato (4) dentro de la disolución de síntesis (3) en el reactor (2) con el fin de aumentar el grosor del revestimiento, la estabilidad del revestimiento y el coeficiente de difusión eficaz del revestimiento.

El procedimiento de revestimiento de zeolita inventivo según la reivindicación 4 comprende las etapas de

- determinar y preparar el reactor (2),
- preparar la disolución de síntesis (3) y cargarla en el reactor (2),
- limpiar el sustrato (4) con procedimientos adecuados y colocarlo en la disolución (3) cargada en el reactor (2),
- 65 colocar el reactor (2) cerca de la bobina (6) del dispositivo de inducción (5),

55

- ajustar la distancia entre la bobina (6) y el reactor (2) y/o la potencia del dispositivo de inducción (5) para proporcionar la temperatura del sustrato (4) deseada,
- hacer circular la disolución de síntesis (3) que está en el reactor (2) con la ayuda de una bomba (9) entre el baño de agua (S) y el reactor (2),
  - ajustar la temperatura del baño de agua (S) para mantener la temperatura de la disolución de síntesis (3) en el reactor (2) a un valor deseado que es menor que la temperatura del sustrato (4),
  - producir un campo magnético haciendo funcionar el dispositivo de inducción (5),
  - llevar a cabo la síntesis a las temperaturas y el tiempo deseados,
- 15 retirar el sustrato (4) de la disolución (3).
  - limpiar el revestimiento con agua,
  - obtener el producto final.

Las dimensiones del reactor (2) se determinan según el tamaño del sustrato (4) y la cantidad de disolución (3) que van a utilizarse, y el reactor (2) preparado para la reacción de síntesis se deja listo para su utilización. Se prepara una disolución de síntesis (3) adecuada para el tipo zeolita que se desea obtener. Una vez que el sustrato (4) se deja listo para su utilización limpiándose con procedimientos adecuados, se sumerge verticalmente en la disolución de síntesis (3) que está cargada en el reactor (2). El reactor (2) se coloca de tal manera que el sustrato (4) en el mismo permanezca dentro del campo magnético generado por la bobina (6) conectada al dispositivo de inducción (5). Teniendo en cuanta las posibles dimensiones del reactor (2), se considera que será más adecuado mantener el reactor (2) fuera de la bobina (6). La distancia entre la bobina (6) y el reactor (2) o la potencia del dispositivo de inducción (5) se cambia y se ajusta para obtener la distancia (mm) de sustrato deseada. Esta temperatura, junto con la temperatura de la disolución (3) y el tiempo de síntesis, determina la fase de zeolita y el grosor del revestimiento que van a obtenerse. Por ejemplo, en el sistema que se utiliza, para un valor de potencia de 2 kW y un sustrato de acero inoxidable, cuando la distancia entre el sustrato (4) y la bobina (6) es de 6 mm, la temperatura del sustrato (4) es aproximadamente de 65°C, cuando es de 8 mm la temperatura del sustrato (4) es de 55°C y cuando es de 9 mm la temperatura del sustrato (4) es de 55°C y cuando es de 9 mm la temperatura del sustrato (4) es de 55°C (figura 2).

La disolución de síntesis (3) se hace circular con la ayuda de una bomba (9) entre el baño de agua (S) que presenta una temperatura menor que la temperatura de reacción y el reactor (2). De esta manera, se permite que la disolución (3) se mantenga a una temperatura menor que la del sustrato (4) y se permite que la reacción no se concentre en la disolución (3) sino sobre el sustrato (4). Aunque realmente la disolución de síntesis (3) no resulta afectada por el campo magnético, el sustrato (4) calentado también calienta la disolución (3) en cierto grado. Por ejemplo, cuando la temperatura del baño de agua (S) es de 10°C para un valor de potencia de 2 kW, cuando la distancia entre el sustrato (4) y la bobina (6) es de 6 mm, la temperatura de la disolución (3) es aproximadamente de 35°C, cuando es de 8 mm la temperatura de la disolución (3) es de 30°C y cuando es de 9 mm la temperatura de la disolución (4) es de 25°C (figura 3).

Se produce un campo magnético alrededor del sustrato (4) haciendo funcionar el dispositivo de inducción (5). En dichas condiciones, la reacción de síntesis dentro del reactor (2), cuya parte superior está cubierta, se lleva a cabo durante un periodo de tiempo que permitirá la generación de la fase deseada. El sustrato (4) que está recubierto con zeolita se retira del sistema, se lava con agua y se deja listo para su utilización.

En el procedimiento de calentar directamente los materiales del sustrato (4) mediante conducción, la duración del experimento requerida para obtener revestimientos gruesos es bastante larga. Además, el procedimiento de calentamiento mediante conducción no es práctico para recubrir superficies grandes. En el procedimiento y el conjunto de revestimiento de zeolita inventivos, cuando los materiales del sustrato (4) se calientan de manera remota por inducción, se producen revestimientos gruesos con coeficientes de difusión eficaces altos.

Por medio del conjunto (1) de la presente invención, puede llevarse a cabo la producción en masa de manera más económica y práctica. El sistema de calentamiento por inducción llevado a cabo en el conjunto (1) de la presente invención es práctico; porque, a diferencia de las solicitudes del estado de la técnica, no requiere grandes resistencias de calentamiento ni reactores complicados para recubrir superficies grandes. El hecho de que el procedimiento inventivo sea económico se basa en el hecho de que el periodo de tiempo para obtener un revestimiento de zeolita con el mismo grosor de revestimiento y a la misma temperatura de síntesis a través de calentamiento por inducción es mucho más corto en comparación con los procedimientos convencionales y el procedimiento de calentamiento mediante conducción. Por ejemplo, mientras que el revestimiento de zeolita A alcanza un grosor de 100 µm al final de 72 horas cuando el calentamiento se lleva a cabo mediante conducción, el

20

25

30

5

10

35

40

45

50

55

60

grosor del revestimiento alcanza los 210  $\mu$ m en el plazo de 6 horas cuando el calentamiento se lleva a cabo por inducción en las mismas condiciones. Cuando se utiliza el procedimiento de una etapa convencional, se obtiene como mucho un grosor de 2-3  $\mu$ m. Aunque el revestimiento de zeolita X alcanza un grosor de 110  $\mu$ m en el plazo de 48 horas a través de síntesis convencional, dicho grosor se obtiene en el plazo de 4 horas cuando el calentamiento se lleva a cabo por inducción en las mismas condiciones.

5

10

15

20

Como resultado de los experimentos realizados en relación con el procedimiento de la presente invención, se observa que cuando se aplica calentamiento por inducción, se obtienen revestimientos de zeolita A (210  $\mu$ m) y zeolita X (110  $\mu$ m) cristalinos y gruesos de forma pura sobre acero inoxidable.

Este procedimiento puede utilizarse para preparar revestimientos de zeolita gruesos que pueden utilizarse en aplicaciones relacionadas con adsorción y catálisis. Es especialmente muy adecuado para la producción de revestimientos de zeolita con características necesarias para bombas de calor de adsorción. Adicionalmente, este procedimiento también puede utilizarse para la preparación de revestimientos finos o gruesos de los otros adsorbentes que pueden obtenerse directamente a partir de una disolución a través de cristalización.

Dentro del alcance de estos conceptos básicos, es posible desarrollar diversas formas de realización del "conjunto (1) de preparación de revestimiento de zeolita y procedimiento de funcionamiento" inventivos. La invención no puede limitarse a los ejemplos descritos en la presente memoria y es esencialmente tal como se define en las reivindicaciones.

#### **REIVINDICACIONES**

- 1. Conjunto (1) de preparación de revestimiento de zeolita caracterizado por que presenta
- por lo menos un reactor (2), en el que se lleva a cabo la reacción, y en el que se lleva a cabo un calentamiento por inducción acompañado por circulación de la disolución de síntesis (3), y que es un depósito con una tapa sobre la parte superior, y que está realizado en un material con una conductividad eléctrica baja para impedir la formación de zeolita sobre las paredes del mismo e impedir el calentamiento de la disolución de síntesis (3),
   10

 una disolución de síntesis (3) que se carga en el reactor (2), que incluye los reactantes que se utilizan para preparar el revestimiento de zeolita, que se prepara como diluida con el fin de aumentar la calidad del revestimiento, y que se hace circular a través del conjunto (1),

- por lo menos un sustrato (4) realizado en un material eléctricamente conductor, que se sumerge en la disolución de síntesis (3) y se calienta a distancia por inducción hasta una temperatura superior a la de la disolución de síntesis (3),
- por lo menos un dispositivo de inducción (5) que está ubicado fuera del reactor (2) y está situado próximo al reactor (2) a una distancia tal que el campo magnético que genera haciendo pasar corriente eléctrica sobre su bobina (6) calentará el sustrato (4) dentro del reactor (2),
  - por lo menos un tanque de alimentación (7) en forma de un depósito, que está colocado en un baño de agua (S) fuera del reactor (2), y a través del cual se hace circular la disolución de síntesis (3) con el fin de mantener su temperatura inferior a la del sustrato (4),
  - por lo menos un intercambiador de calor (8) que está colocado en el baño de agua (S) y que cambia la temperatura del baño de agua (S) con el fin de mantener la temperatura de la disolución de síntesis (3) dentro del tanque de alimentación (7) sumergido en el baño de agua (S) a un valor tal que la temperatura de la disolución de síntesis (3) en el reactor (2) permanece inferior a la temperatura del sustrato (4),
  - por lo menos una bomba (9) que permite la circulación de la disolución de síntesis (3) a través de un conducto de conexión (10) que se encuentra entre el tanque de alimentación (7) y el reactor (2).
- 2. Conjunto (1) de preparación de revestimiento de zeolita según la reivindicación 1, caracterizado por que presenta un sustrato (4) realizado en un material ferromagnético con el fin de mejorar el efecto del campo magnético generado por el dispositivo de inducción (5) sobre la formación del revestimiento.
- Conjunto (1) de preparación de revestimiento de zeolita según cualquiera de las reivindicaciones anteriores,
   caracterizado por que presenta un sustrato (4) que se sumerge verticalmente dentro de la disolución de síntesis (3) en el reactor (2) con el fin de aumentar la estabilidad del revestimiento.
  - 4. Procedimiento de preparación de revestimiento de zeolita, que se lleva a cabo utilizando el conjunto (1) descrito en la reivindicación 1, caracterizado por que presenta las etapas de
    - preparar el reactor (2), que está realizado en un material con una conductividad eléctrica baja,
    - preparar la disolución de síntesis como diluida (3) y cargarla en el reactor (2),
- limpiar el sustrato eléctricamente conductor (4) y colocarlo en la disolución (3) cargada en el reactor (2),
  - colocar el reactor (2) próximo a la bobina (6) del dispositivo de inducción (5),
  - ajustar la distancia entre la bobina (6) y el reactor (2) y/o la potencia del dispositivo de inducción (5) para proporcionar la temperatura del sustrato (4) deseada,
    - hacer circular la disolución de síntesis (3) que se encuentra en el reactor (2) con la ayuda de una bomba (9) a través del conducto de conexión (10) que se encuentra entre el tanque de alimentación (7) que está sumergido en el baño de agua (S) y el reactor (2),
    - ajustar la temperatura del baño de agua (S) con la ayuda del intercambiador de calor (8) con el fin de mantener la temperatura de la disolución de síntesis (3) en el tanque de alimentación (7) a un valor para garantizar que la temperatura de la disolución de síntesis (3) en el reactor (2) permanece a un valor deseado que es inferior a la temperatura del sustrato (4),

65

60

25

30

45

- producir un campo magnético haciendo funcionar el dispositivo de inducción (5),
- llevar a cabo la síntesis a las temperaturas y el tiempo de sustrato (4) y disolución (3) deseados,
- 5 retirar el sustrato (4) de la disolución (3),
  - limpiar el revestimiento con agua,
  - obtener el producto final.

- 5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por que utiliza un sustrato (4) realizado en un material ferromagnético con el fin de mejorar el efecto del campo magnético generado por el dispositivo de inducción (5) sobre la formación del revestimiento.
- 15 6. Procedimiento según las reivindicaciones 4 y 5, caracterizado por que utiliza un sustrato (4) que se sumerge verticalmente dentro de la disolución de síntesis (3) en el reactor (2) con el fin de aumentar la estabilidad del revestimiento.

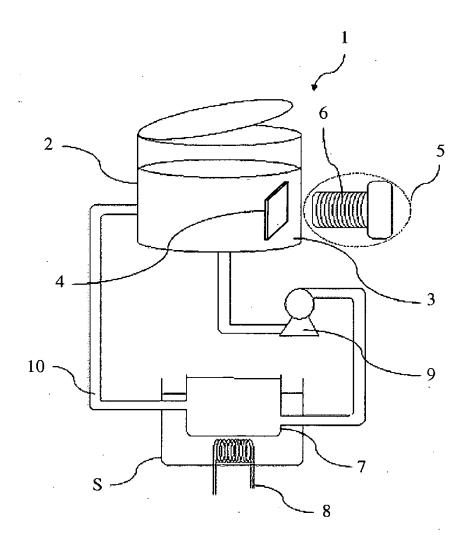


Figura 1

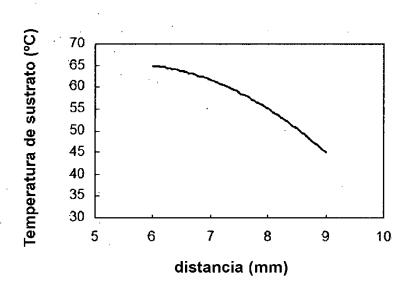


Figura 2

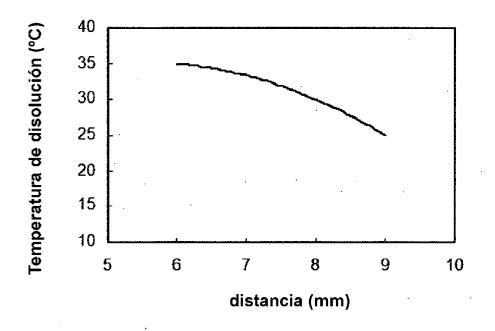


Figura 3