

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 616 276**

21 Número de solicitud: 201531793

51 Int. Cl.:

B01J 37/12 (2006.01)

B01J 21/06 (2006.01)

B01J 35/00 (2006.01)

C25D 11/02 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

11.12.2015

43 Fecha de publicación de la solicitud:

12.06.2017

71 Solicitantes:

**UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID
(100.0%)**

**Ramiro de Maeztu 7
28040 Madrid ES**

72 Inventor/es:

**FERNÁNDEZ MARTÍNEZ, Francisco;
DEL RÍO MERINO, Mercedes y
GONZÁLEZ MORÁN, Irene**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

54 Título: **Procedimiento para obtener una chapa de titanio con actividad fotocatalítica**

57 Resumen:

Procedimiento para obtener una chapa de titanio con actividad fotocatalítica.

La invención se refiere a un procedimiento para obtener una chapa de titanio que presenta una capa de dióxido de titanio en fase anatasa en su superficie y que posee actividad fotocatalítica, así como a la chapa así obtenida y a un material de construcción que la contiene. La chapa de titanio de la presente invención y los materiales de construcción obtenidos a partir de esta proporcionan una doble funcionalidad estética y descontaminante.

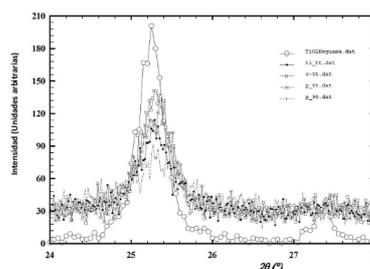


Fig.5

DESCRIPCION

Procedimiento para obtener una chapa de titanio con actividad fotocatalítica

5 **CAMPO DE LA INVENCION**

La presente invención pertenece al campo de los materiales funcionales para construcción. Más concretamente, la invención se refiere a un procedimiento para obtener una chapa de titanio que presenta una capa de dióxido de titanio en fase anatasa en su superficie y que posee actividad fotocatalítica, así como a la chapa obtenible por dicho método y a un material de construcción que la contiene. La chapa de titanio de la presente invención, así como los materiales de construcción obtenidos a partir de estas, proporcionan una doble funcionalidad: estética y descontaminante frente sustancias orgánicas e inorgánicas en medios gaseosos y líquidos. La función estética la proporciona el cambio de color que la superficie oxidada le da a la chapa. La acción descontaminante se produce gracias a la actividad fotocatalítica del dióxido de titanio en forma anatasa, presente en la superficie de las chapas.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El titanio y sus aleaciones es un material cuyo uso se está ampliando en el ámbito de la arquitectura desde finales del siglo XX. Actualmente, el titanio está empezando a sustituir otros materiales o metales menos resistentes, durables, estéticos o con menor resistencia térmica, como por ejemplo el aluminio. Por tanto, es un material cuyo uso está en auge.

Normalmente, el titanio y sus aleaciones se usan en forma de planchas o chapas para el recubrimiento de fachadas de edificios para proporcionar una impresión estética determinada.

Por otro lado, un problema actual, especialmente en los medios urbanos, es la contaminación ambiental para cuyo control no existen muchos medios activos.

La fotocatalisis es un proceso bien conocido para la descontaminación de efluentes gaseosos y líquidos que consiste en la catálisis química mediada por la luz. Por tanto, la fotocatalisis implica la combinación de la fotoquímica con la catálisis. Ambos, luz y catalizador, son necesarios para alcanzar o acelerar la reacción química. Así, la fotocatalisis puede ser definida como la aceleración de una fotorreacción mediante un catalizador. Durante el proceso fotocatalítico, ocurren tanto reacciones de oxidación como de reducción,

por lo que, no sólo se puede aplicar la fotocatalisis a la oxidación de compuestos orgánicos, sino también a la reducción de iones inorgánicos y a la reducción de otros compuestos orgánicos. Normalmente en procesos fotocatalíticos llevados a cabo al aire libre, en ambientes abiertos, la energía lumínica procede del sol por lo cual el uso de la fotocatalisis como estrategia descontaminante resulta una opción barata dado que no necesita fuentes de energía más allá de la luz solar.

Uno de los catalizadores más usados en el contexto de la fotocatalisis es el dióxido de titanio. Se usa habitualmente para procesos fotocatalíticos dirigidos a disminuir la contaminación ambiental y de efluentes líquidos. Para que el efecto fotocatalítico y descontaminante sea significativo y eficaz se sabe que el dióxido de titanio debe estar en su forma cristalina anatasa. El dióxido de titanio en sus otras formas cristalinas pierde actividad fotocatalítica hasta el punto de ser inefectivo en su acción descontaminante.

Una estrategia para favorecer la descontaminación especialmente en los medios urbanos es el desarrollo de procedimientos que permitan incorporar partículas de elementos con actividad fotocatalítica en la superficie de materiales de construcción de modo que los mismos materiales de construcción ejerzan un efecto descontaminante.

Por ejemplo, la patente US 7449245 describe sustratos con una capa de TiO_2 y también describe que pueden ser aplicados en el revestimiento de fachadas.

Los autores de la presente invención han desarrollado un método para obtener una chapa de titanio que presenta una capa de dióxido de titanio en fase anatasa en su superficie y que, tal y como se demostrará, posee una marcada actividad fotocatalítica y descontaminante. El método descrito está basado en la oxidación electrolítica de la capa superficial de la chapa de titanio en unas condiciones determinadas y de manera preferida seguida de un tratamiento térmico. Las chapas de titanio obtenidas presentan características estéticas debidas a la gama de colores resultantes del proceso, y propiedades fotocatalíticas debidas al dióxido de titanio producido en su superficie. Las chapas conservan en su interior un núcleo de titanio, con lo que sus propiedades mecánicas no varían apenas por lo que siguen siendo aplicables, como lo es el propio el titanio en arquitectura y en revestimientos de fachadas.

Son conocidos en el estado de la técnica procesos de oxidación y anodización de superficies metálicas como, por ejemplo, los descritos en la patentes US3663379,

US8821831 o USH1207. Sin embargo, ninguno de los procedimientos descritos describe la oxidación en dos pasos del método aquí descrito y tampoco describen la aparición de dióxido de titanio en fase anatasa que es la que propicia la intensa actividad fotocatalítica que demuestran las chapas de la invención.

5

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Figura 1: Curva de reflectancia de la coloración aproximada obtenida sobre la chapa de titanio metálico con el cátodo de titanio y tras el tratamiento térmico.

10 **Figura 2:** Curva de reflectancia de la coloración aproximada obtenida sobre la chapa de titanio metálico con el cátodo de carbono y tras el tratamiento térmico.

Figura 3: Curva de reflectancia de la coloración aproximada obtenida sobre la chapa de titanio metálico con el cátodo de platino y tras el tratamiento térmico.

15 **Figura 4:** Curva de reflectancia de la coloración aproximada obtenida sobre la chapa de titanio metálico con el cátodo de platino sin tratamiento térmico.

Figura 5: Diagrama de difracción de rayos X que muestra la formación de la fase anatasa superficial sobre la chapa de titanio metálico con cada uno de los métodos. Puede observarse que la cantidad y tamaño de partícula para cada método/cátodo es diferente.

20 **DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION**

El primer objeto de la presente invención es un procedimiento para obtener una chapa de titanio que presenta una capa de dióxido de titanio en fase anatasa en su superficie y que posee actividad fotocatalítica que comprende:

25 a) Oxidación electrolítica de una chapa de titanio con una pureza superior al 99% con un cátodo de titanio, carbono o platino, a un voltaje de entre 60V y 200V y una corriente de entre 10mA/m^2 a 15mA/m^2

b) Opcionalmente, tratamiento térmico a una temperatura de entre 500°C y 950°C durante un tiempo mínimo de 120 min.

30 El procedimiento de la presente permite obtener una chapa con una capa superficial con dióxido de titanio en forma anatasa. La aparición de una capa de dióxido de titanio en forma de anatasa es la que proporciona la importante actividad fotocatalítica y por tanto la acción descontaminante de la chapa.

Por tanto, la obtención de la capa superficial de dióxido de titanio en la chapa es uno de los elementos esenciales de la presente invención. La aparición de dicha capa superficial en forma anatasa se debe a los parámetros bajo los cuales se lleva a cabo la oxidación electrolítica, así como al tratamiento térmico, el cual sirve para acentuar la aparición de anatasa en la capa de dióxido de titanio.

En cuanto a los parámetros esenciales para llevar a cabo la oxidación electrolítica, los más relevantes son los cátodos utilizados así como las condiciones de la electrólisis propiamente dichas, es decir, el voltaje y la corriente aplicados.

Sobre los cátodos usados estos deben ser de titanio, carbono o platino, normalmente de forma cilíndrica. El uso de estos cátodos en la electrólisis permite obtener la capa superficial de dióxido de titanio deseada y a la vez permite obtener tonalidades muy similares (dorado-rosáceas).

La electrólisis debe llevarse a cabo a un voltaje de entre 60V y 200V, más preferiblemente de entre 60V y 70V, y una corriente de 10mA/m² a 15mA/m², más preferiblemente de entre 10mA/m² a 12mA/m².

Otro elemento para llevar a cabo la electrólisis es el electrolito usado. La presente invención contempla la posibilidad de usar cualquier ácido seleccionado de entre ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico y sus sales ácidas como bisulfato sódico y/o potásico o fosfatos ácidos de sodio y/o potasio o mezclas de los mismos. De manera preferente, se usa ácido sulfúrico ya que se observa que es el electrolito más efectivo en la generación de la capa de dióxido de titanio.

La electrólisis debe llevarse durante un tiempo que puede variar entre 1 y 100 minutos desde el momento en que se alcanza el máximo voltaje. El tiempo más apropiado puede variar en función del tipo de electrodo utilizado así como del hecho de si se lleva a cabo o no la etapa de tratamiento térmico.

Por ejemplo, una realización particular y preferida del procedimiento de la invención comprende la oxidación electrolítica con un cátodo de titanio, carbono o platino durante un periodo comprendido entre 1 y 2 minutos una vez se alcanza el máximo voltaje y posteriormente se lleva a cabo el tratamiento térmico. Mediante esta realización se obtienen unas chapas con un color azul turquesa con una potente actividad catalítica.

Otra realización particular del procedimiento de la invención comprende la oxidación electrolítica con un cátodo de titanio durante 80 a 100 minutos desde que se alcanza el máximo voltaje e implica no llevar a cabo tratamiento térmico posterior. Mediante esta realización se obtienen unas chapas con un color similar al de la anterior realización.

5

La etapa de tratamiento térmico del procedimiento, aunque es opcional, es una etapa altamente recomendable ya que favorece la aparición de la forma cristalina anatasa en el dióxido de titanio producido. Por tanto, el tratamiento térmico permite obtener chapas de titanio con una actividad fotocatalítica muy superior a si no se lleva a cabo el tratamiento

10

térmico. Como comentábamos antes, el tratamiento térmico se lleva a cabo en un horno a una temperatura de entre 500°C y 950°C, preferiblemente de entre 500°C y 550°C y durante un tiempo mínimo de 120 minutos.

15

Entre la etapa de oxidación electrolítica y el tratamiento térmico se puede llevar a cabo un paso adicional de limpieza de la superficie de la chapa con un disolvente orgánico, por ejemplo, acetona. La finalidad de este proceso es la de eliminar impurezas que pueden interferir en la formación de una capa homogénea adherida a la chapa de titanio en forma de dióxido de titanio variedad cristalina anatasa que tiene lugar durante el tratamiento térmico.

20

Otro objeto de la presente invención es la chapa de titanio que presenta una capa de dióxido de titanio en fase anatasa en su superficie, que posee actividad fotocatalítica y que es obtenible de acuerdo con el procedimiento antes descrito.

25

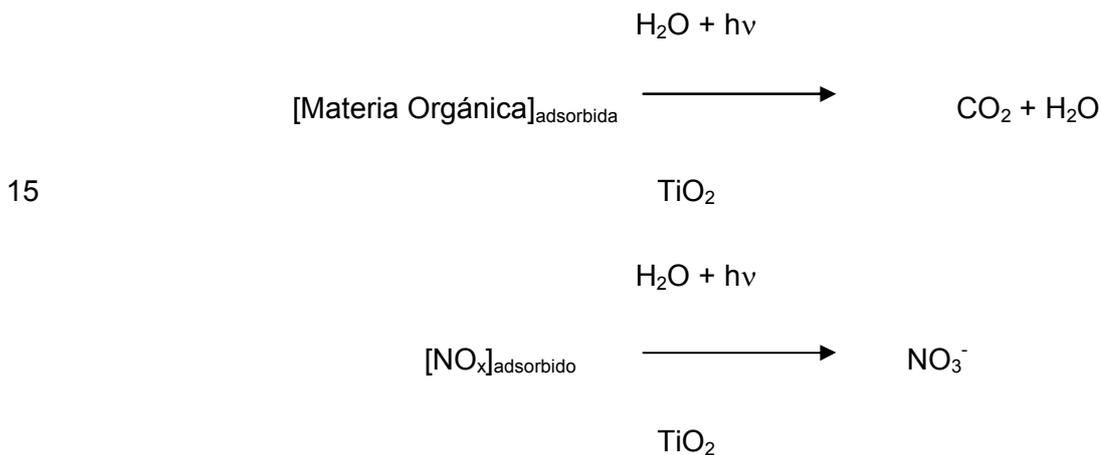
Además, la presencia de la capa superficial de dióxido de titanio proporciona un bello e interesante efecto estético que varía con el ángulo de observación debido a la coloración que aporta a la chapa, por el efecto de interferencia de la luz sobre la superficie interna del titanio y la externa del dióxido de titanio.

30

La chapa de la invención se puede considerar, por tanto, un material bifuncional por cuanto presenta características estéticas debido a la gama de colores obtenidos y, al mismo tiempo, propiedades fotocatalíticas debido al dióxido de titanio en forma anatasa producido en su superficie. La chapa conserva en su interior un núcleo de titanio, con lo que sus propiedades mecánicas no varían apenas. Por ello, su función de revestimiento de fachadas y edificios no se ve afectada en modo alguno.

35

La superficie de dióxido de titanio en forma anatasa hace que en presencia de luz UV o solar, los contaminantes, generalmente orgánicos, se oxiden a CO₂ y H₂O, sustancias inocuas. El uso idóneo del producto sería entonces en fachadas o cubiertas expuestas a la luz solar. La chapa de la presente invención puede aplicarse tanto para la descontaminación de medios gaseosos como líquidos ya que por contacto con el contaminante, la superficie de la chapa actúa como adsorbente y por exposición a la radiación UV-Visible o solar los contaminantes adsorbidos son oxidados y degradados a sus formas más simples e inocuas en forma de CO₂, H₂O, NO₃⁻. Los siguientes esquemas representan de manera esquemática el tipo de reacción química de descontaminación que se da en la superficie de las chapas de la invención frente a materia orgánica o frente a óxidos de nitrógeno provenientes de la combustión de los coches



La actividad fotocatalítica de la chapa de la invención se ha demostrado muy efectiva con el test de la rodamina B en el cual, esta sustancia en disolución acuosa se ve oxidada y el efecto observable es la degradación en su coloración por efecto del fotocatalizador. Esto permite estimar la efectividad y el grado de actividad descontaminante de la chapa.

En una realización particular de la invención, la chapa posee una forma ondulada con el fin de proporcionar una superficie de contacto mayor lo cual también permite aumentar el efecto descontaminante a la vez que proporciona un efecto estético diferente.

Otro objeto de la presente invención es un material de construcción que comprende una chapa de titanio de acuerdo con la invención.

En su realización más simple, el material de construcción puede estar constituido por la chapa de la invención en sí, que puede servir directamente como elemento de recubrimiento

de fachadas. No obstante, la chapa de la invención se puede incorporar en el seno de diferentes elementos constructivos con el fin de dar lugar a un material de construcción más sofisticado e incluso con finalidad decorativa o estética.

5 El último objeto de la presente invención es el uso de la chapa o del material de construcción de la invención. Por un lado, dicho uso comprende la descontaminación de medios o ambientes gaseosos que contengan ácido sulfhídrico, anhídridos sulfurosos, óxidos de nitrógeno o compuestos orgánicos volátiles (VOCs).

10 La chapa o el material de construcción de la invención también es de utilidad para la descontaminación de medios o ambientes líquidos y como neutralizante de corrientes líquidas.

Adicionalmente, la chapa y el material de la invención se pueden usar con fines decorativos de fachadas y revestimientos debido al efecto estético que producen las diferentes tonalidades que puede adquirir.

15 A continuación se aportan una serie de ejemplos para ilustrar la invención pero que no pretenden ser limitativos de la misma.

EJEMPLOS

20 **Ejemplo 1: Preparación de una chapa de titanio mediante electrólisis con cátodo de titanio y tratamiento térmico**

25 En primer lugar se limpió la superficie de la chapa de titanio con propanona. La chapa de titanio se sometió a una oxidación electrolítica en la cual el electrolito utilizado fue ácido sulfúrico en agua al 0,5% en peso. Para la realización de este anodizado se usó un potencióstato y se llevó a cabo a un voltaje de 60V y con una corriente de 10 mA/m².

30 Como cátodo se usó un cilindro de titanio y el tiempo de mantenimiento fue de un minuto desde que se alcanzó el máximo voltaje. Hay que añadir que el electrolito no se centrifugó durante el anodizado ni tampoco existió una red circular rodeando la muestra, a diferencia de otros métodos de anodización.

Posteriormente se limpió el producto nuevamente con propanona y se introdujo en un horno, previamente calentado y se alcanzó una temperatura de 500°C. El producto se mantuvo en

el horno durante un periodo de dos horas. El color obtenido se muestra en la figura 1 mediante la medida de la reflectancia.

5 **Ejemplo 2: Preparación de una chapa de titanio mediante electrólisis con cátodo de carbono y tratamiento térmico**

En primer lugar se limpió la superficie de la chapa de titanio con propanona. La chapa de titanio se sometió a una oxidación electrolítica en la cual el electrolito utilizado fue ácido sulfúrico en agua al 0,5% en peso. Para la realización de este anodizado se usó un
10 potencióstato y se llevó a cabo a un voltaje de 60V y con una corriente de 10 mA/m².

Como cátodo se usó un cilindro de carbono y el tiempo de mantenimiento fue de un minuto desde que se alcanzó el máximo voltaje. Hay que añadir que el electrolito no se centrifugó durante el anodizado ni tampoco existió una red circular rodeando la muestra, a diferencia de otros métodos de anodización.

15 Posteriormente se limpió el producto nuevamente con propanona y se introdujo en un horno, previamente calentado y se alcanzó una temperatura de 500°C. El producto se mantuvo en el horno durante un periodo de dos horas. El color obtenido se muestra en la figura 2 mediante la medida de la reflectancia.

20 **Ejemplo 3: Preparación de una chapa de titanio mediante electrólisis con cátodo de platino y tratamiento térmico**

En primer lugar se limpió la superficie de la chapa de titanio con propanona. La chapa de titanio se sometió a una oxidación electrolítica en la cual el electrolito utilizado fue ácido
25 sulfúrico en agua al 0,5% en peso. Para la realización de este anodizado se usó un potencióstato y se llevó a cabo a un voltaje de 60V y con una corriente de 10 mA/m².

Como cátodo se usó un cilindro de platino y el tiempo de mantenimiento fue de un minuto desde que se alcanzó el máximo voltaje. Hay que añadir que el electrolito no se centrifugó durante el anodizado ni tampoco existió una red circular rodeando la muestra, a diferencia
30 de otros métodos de anodización.

Posteriormente se limpió el producto nuevamente con propanona y se introdujo en un horno, previamente calentado, y se alcanzó una temperatura de 500°C. El producto se mantuvo en el horno durante un periodo de dos horas. El color obtenido se muestra en la figura 3 mediante la medida de la reflectancia.

5

Ejemplo 4: Preparación de una chapa de titanio mediante electrólisis con cátodo de platino sin tratamiento térmico

Este proceso se llevó de manera análoga al del ejemplo 3 anterior, sin embargo en este caso el tiempo de mantenimiento del proceso de electrólisis fue de noventa minutos desde que se alcanzó el máximo voltaje. Asimismo, no se llevó a cabo el tratamiento térmico como en el caso anterior. El color obtenido se muestra en la figura 4 mediante la medida de la reflectancia.

10

15

Ejemplo 5: Análisis de la estructura de la capa superficial de dióxido de titanio de las diferentes chapas

Para conocer más sobre la composición y la estructura de esta capa, se realizaron ensayos de rayos X con un difractómetro sobre las chapas obtenidas en los ejemplos 1, 2, 3 y 4. Para ello se hace incidir la radiación $K\alpha$ proveniente de una lámpara de rayos X con un cátodo de cobre sobre la muestra, midiéndose la intensidad de la radiación difractada con un detector. La medida de la intensidad se realiza variando el ángulo de incidencia, que debe variar de la misma manera que varía el ángulo de medida con el detector. El fenómeno simplificado sería un fenómeno de reflexión, que al darse en capas cristalinas más internas, recibe el nombre de difracción. La detección de la posición de los máximos de difracción en función del ángulo nos permite, haciendo uso de la ley de Bragg, identificar las fases cristalinas. En este caso, para diferenciar las fases cristalográficas más comunes basta con realizar el registro en el rango angular de 22.8° a 28.8° en 2 Theta, donde aparecen los picos más intenso de las dos fases cristalinas, rutilo y anatasa. La aparición de un pico a 25.3° indicaría que la fase cristalina formada es la Anatasa, mientras que si apareciera el máximo en la posición angular de 27.3° sería la variedad cristalina Rutilo. En la Figura 5 se incluye el diagrama de difracción del catalizador comercial TiO_2 de la empresa Degussa figura inferior, que muestra la presencia de las dos fases cristalinas, aunque la mayoritaria es la variedad Anatasa. En cambio, en todos los diagramas de difracción de la muestras obtenidas

20

25

30

mediante los procedimientos expuestos en la presente patente, solamente aparece el pico a 25.3°, indicativo de que sólo se ha formado la fase cristalina Anatasa y que no aparece como impureza la fase Rutilo.

5 En la figura 5 se muestra que la variedad de óxido de titanio que aparece tiene la forma cristalina del dióxido de titanio, variedad anatasa, la cual es la más adecuada para el funcionamiento del proceso de fotocatalisis y descontaminación, una de las funciones del material descrito en esta invención.

Ejemplo 6: Análisis de la actividad fotocatalítica de las diferentes chapas

10 Se comprobó la efectividad de la fotocatalisis de las chapas de los ejemplos 1, 2, 3 y 4 con un test que consiste en someter a la muestra durante 6 horas a una lámpara, cuyo espectro es similar a la luz natural. La muestra junto a una solución de rodamina B en agua, acentúa la degradación de este tinte orgánico y así se determina la efectividad del material sintetizado. Las reducciones de la concentración de rodamina B para cada chapa se muestran en la siguiente tabla;

15 **Tabla 1: Poder de oxidación sobre Rodamina B de las chapas obtenidas mediante oxidación catalítica con diferentes cátodos. Las muestras están nombradas con el símbolo de cada elemento o cátodo usado y con TT se señala los que han sido sometidos a tratamiento térmico. Como referencia se usó simplemente la disolución acuosa de Rodamina B sin contener una muestra.**

Espécimen (N)	Reducción de la concentración de rodamina (%)
Referencia	7
C TT	57
Ti TT	74
Pt TT	44
Pt 90'	43

25 Como se observa en la tabla todas las chapas de la invención muestran una actividad fotocatalítica significativa frente a la muestra de la referencia. Sin embargo, las chapas obtenidas en los ejemplos 1 y 2 con cátodos de titanio y carbono mostraron una actividad superior a las obtenidas en los ejemplos 3 y 4 con los cátodos de platino.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para obtener una chapa de titanio que presenta una capa de dióxido de titanio en fase anatasa en su superficie y que posee actividad fotocatalítica que comprende:
- 5
- a) Oxidación electrolítica de una chapa de titanio con una pureza superior al 99% con un cátodo de titanio, carbono o platino, a un voltaje de entre 60V y 200V y una corriente de entre 10mA/m² a 15mA/m²
- b) Opcionalmente, tratamiento térmico a una temperatura de entre 500°C y 950°C
- 10 durante un tiempo mínimo de 120 min.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 donde la oxidación electrolítica comprende el uso como electrolito de un ácido seleccionado de entre ácidos: sulfúrico, nítrico, clorhídrico, perclórico y fosfórico o sus sales ácidas como los bisulfatos de sodio y/o
- 15 de potasio, fosfatos ácidos de sodio y/o potasio o mezclas de los mismos.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2 donde la oxidación electrolítica comprende el uso como electrolito de ácido sulfúrico.
- 20 4. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones anteriores porque incluye un paso adicional de limpieza de la superficie de la chapa con un disolvente orgánico antes del tratamiento térmico.
5. Un procedimiento donde la limpieza de la chapa se lleva a cabo con acetona.
- 25 6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende la oxidación electrolítica con un cátodo de titanio, carbono o platino durante un periodo comprendido entre 1 y 2 minutos una vez se alcanza el máximo voltaje y el tratamiento térmico posterior.
- 30 7. Un procedimiento de acuerdo a la reivindicación 1 que comprende la oxidación electrolítica con un cátodo de titanio durante 80 a 100 minutos desde que se alcanza el máximo voltaje sin tratamiento térmico posterior.
8. Una chapa de titanio que presenta una capa de dióxido de titanio en fase anatasa en su superficie y que posee actividad fotocatalítica y que es obtenible de acuerdo con el
- 35 procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1-7.

9. Una chapa de titanio de acuerdo con la reivindicación 8 caracterizada porque la capa de dióxido de titanio proporciona un efecto coloreado estético sobre la misma.
10. Una chapa de titanio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 o 9
5 caracterizada porque tiene forma ondulada.
11. Material de construcción que comprende una chapa de titanio de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10.
- 10 12. Uso de una chapa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10 o de un material de construcción de acuerdo con la reivindicación 11 para la descontaminación de medios o ambientes gaseosos que contengan ácido sulfhídrico, anhídridos sulfurosos, óxidos de nitrógeno o compuestos orgánicos volátiles (VOCs).
- 15 13. Uso de una chapa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10 o de un material de construcción de acuerdo con la reivindicación 11 para la descontaminación de medios o ambientes líquidos y como neutralizante de corrientes líquidas.
- 20 14. Uso de una chapa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10 o de un material de construcción de acuerdo con la reivindicación 11 con fines decorativos de fachadas y revestimientos.

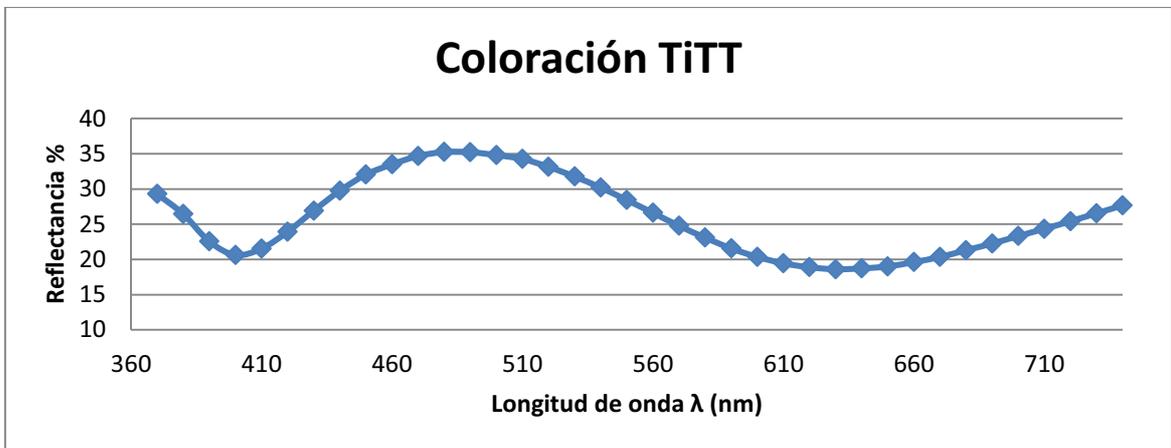


Fig.1

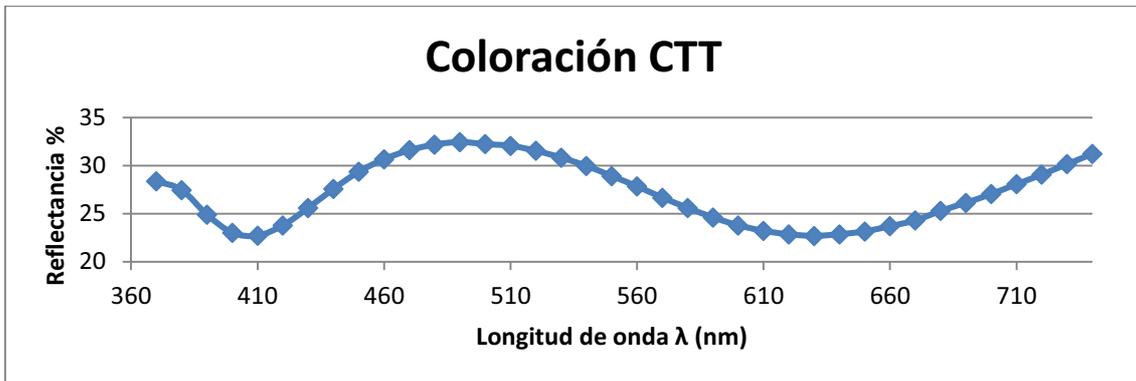


Fig.2

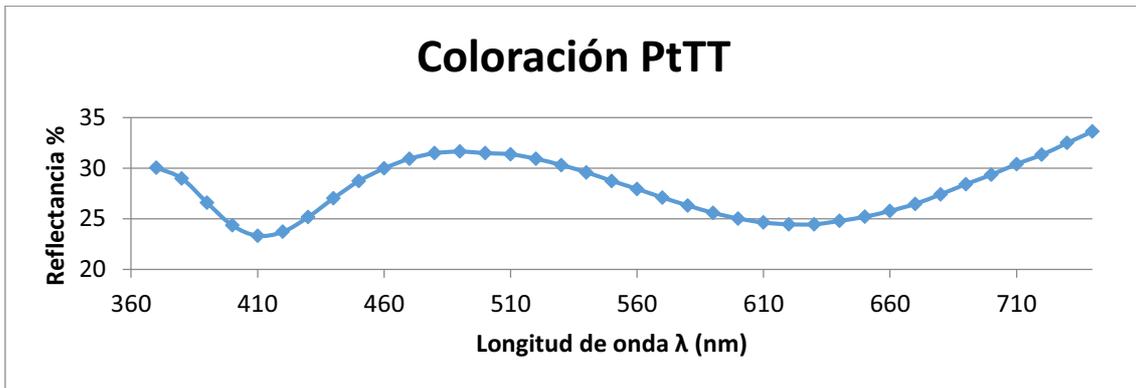


Fig.3

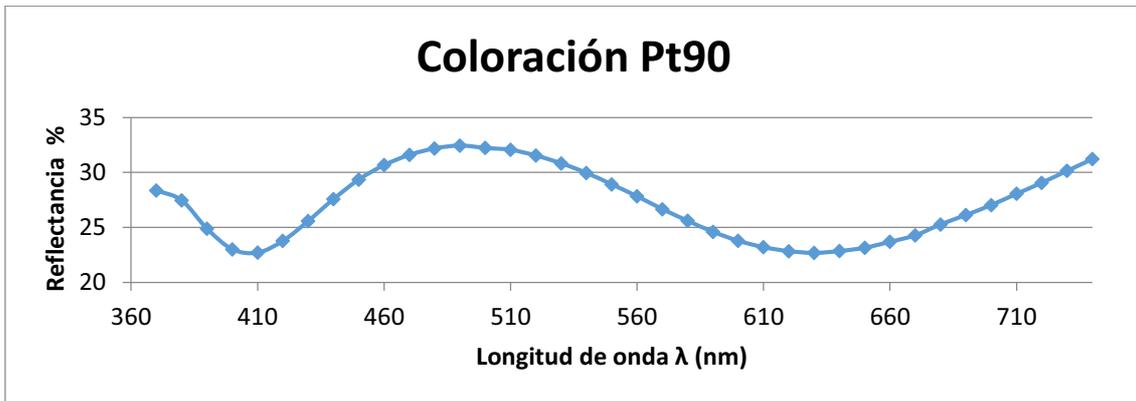


Fig.4

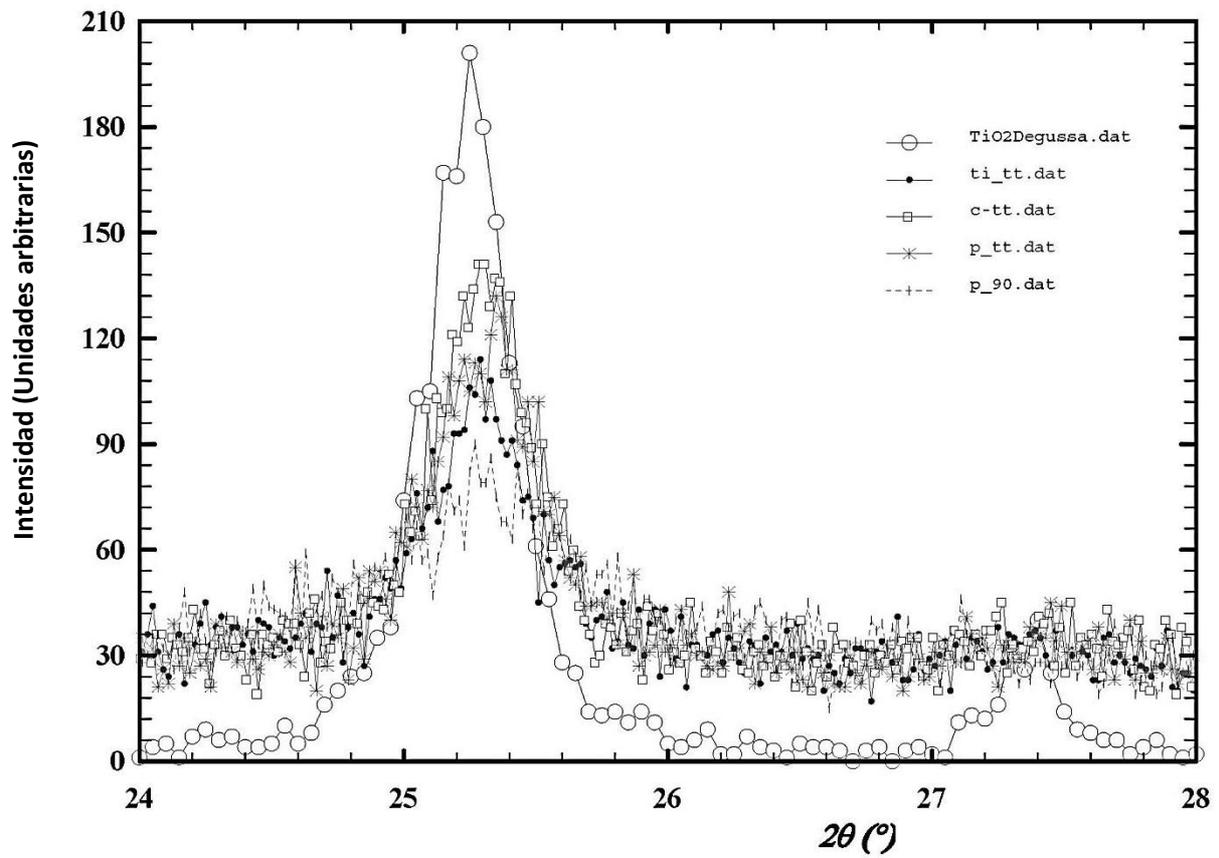


Fig.5



- ②① N.º solicitud: 201531793
②② Fecha de presentación de la solicitud: 11.12.2015
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	EP 2438990 A1 (NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORP) 11.04.2012, resumen; párrafos [0003],[0023],[0024]; ejemplo 1.	8-14
X	JP 2008302328 A (UNIV SHIZUOKA NAT UNIV CORP et al.) 18.12.2008, resumen de la base de datos EPODOC. Recuperado de EPOQUE [recuperado el 22.04.2016]; párrafo [0030].	8,12,13
X	US 2011160047 A1 (MASAHASSHI NAOYA et al.) 30.06.2011, ejemplo 1; figuras 1-3.	8,12,13
X	DIKICI, T., et al., A comparative study on the Photocatalytic activities of microporous and nanoporous TiO ₂ layers prepared by electrochemical anodization, Surface and Coatings Technology, 2015, Vol. 263, págs. 1-7, Doi:doi:10.1016/j.surfcoat.2014.12.076; resumen y apartado: "Experimental details".	8,12,13
A	SZESZ, E.M., et al., Nanomechanical Properties of Bioactive Ti Surfaces Obtained by NaOH-based Anodic Oxidation and Alkali Treatment, Key Engineering Materials, 2012 Vol. 493-494, págs. 524-529, Doi: doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.493-494.524; apartado: "Materials and methods".	1-14
A	IWASAKI, M., et al., One-pot process for anodic Oxide films of titanium with high photocatalytic activity, Materials Transactions, Vol. 45, págs. 1607-1612; apartado: "Materials".	1-14

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
03.05.2016

Examinador
M. M. García Poza

Página
1/5

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

B01J37/12 (2006.01)

B01J21/06 (2006.01)

B01J35/00 (2006.01)

C25D11/02 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B01J, C25D

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, TXT, XPESP, NPL, INSPEC

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 29.04.2016

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-7	SI
	Reivindicaciones 8-14	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones 1-7	SI
	Reivindicaciones 8-14	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	EP 2438990 A1 (NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORP)	11.04.2012
D02	JP 2008302328 A (UNIV SHIZUOKA NAT UNIV CORP et al.)	18.12.2008
D03	US 2011160047 A1 (MASAHASSHI NAOYA et al.)	30.06.2011
D04	DIKICI, T., et al., A comparative study on the photocatalytic activities of microporous and nanoporous TiO ₂ layers prepared by electrochemical anodization, Surface and Coatings Technology, 2015, Vol. 263, págs. 1-7.	15.02.2015

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es un procedimiento para obtener una chapa de titanio con una capa de óxido de titanio en fase anatasa en su superficie y con actividad fotocatalítica, la chapa de titanio obtenida y sus usos.

- Falta de novedad (Art. 6.1 LP):

La chapa de titanio, recogida en la reivindicación 8, definida, en parte, en términos de su procedimiento de preparación, únicamente sería admisible si el producto, como tal, cumple los requisitos de patentabilidad, esto es, es nuevo y tiene actividad inventiva. Sin embargo, tales requisitos no se cumplen en este caso ya que los documentos D01 a D04 divulgan una chapa de titanio que presenta una capa de dióxido de titanio en fase anatasa en su superficie y que posee actividad fotocatalítica (véanse: D01, resumen y ejemplo 1; D02, resumen; D03, Ejemplo 1; figs. 1 a 3; D04, resumen y apartado: Experimental details).

El documento D01 también divulga que la capa de óxido de titanio presenta un aspecto coloreado de interferencia (párrafos [0023] y [0024]). Por lo tanto, la chapa de la invención según se recoge en las reivindicaciones 9 y 10 también se encuentra anticipada por este documento.

En consecuencia, la chapa de titanio de la invención recogida en las reivindicaciones 8 a 10 carece de novedad y de actividad inventiva (Arts. 6.1 y 8.1 LP).

En relación al material de construcción que comprende la chapa de titanio de la invención, según se recoge en la reivindicación 11, tampoco presenta novedad ni actividad inventiva a la vista de la información divulgada en el documento D01 (resumen y párrafo [0003]) (Arts. 6.1 y 8.1 LP).

Por último, los usos de la chapa de titanio y del material de construcción de la invención (reivindicaciones 12, 13 y 14, respectivamente) para descontaminación de ambientes líquidos o gaseosos también se encuentran divulgados en los documentos citados. Por lo tanto, carecen de novedad y actividad inventiva (Arts. 6.1 y 8.1 LP).

Con respecto al procedimiento de preparación de la invención recogido en la reivindicación 1, no se ha encontrado divulgado en el estado de la técnica un procedimiento de preparación para obtener una chapa de titanio que presenta una capa de dióxido de titanio en fase anatasa en su superficie, con actividad fotocatalítica, que comprende: una oxidación electrocatalítica de una chapa de titanio a un voltaje entre 60 V y 200 V y una corriente de entre 10 mA/m² y 15mA/m²; y, opcionalmente, tratamiento térmico a una temperatura de entre 500°C y 950°C durante un tiempo mínimo de 120 min.

Por lo tanto, la reivindicación 1, que recoge dicho procedimiento, así como las reivindicaciones dependientes 2 a 7 presentan novedad (Art. 6.1 LP).

Los documentos D01 a D04 divulgan procedimientos de preparación de una chapa de titanio con una capa de óxido de titanio en fase anatasa en su superficie, con actividad fotocatalítica, que comprenden: una oxidación electrolítica de una chapa de titanio:

- a un voltaje de 10 V a 100 V, en una solución de 0,01 M de ácido nítrico, y un tratamiento térmico posterior de 200°C a 750°C (en el caso del documento D01, ejemplo 1);
- a un voltaje de 60 V, en una solución de 12 a 0,1 mol/l de ácido nítrico, y un tratamiento térmico posterior a 500°C (en el caso del documento D02, resumen y párrafo [0030]);
- a un voltaje de 100 V o superior, en una solución de 0,9% en peso de ácido sulfúrico, y un tratamiento térmico posterior de 400°C a 600°C, siendo la densidad de corriente mayor de 25 mA/cm² (en el caso del documento D03, ejemplo 1); y
- a un voltaje de 100 a 250 V, en una solución 1M de ácido sulfúrico, y un tratamiento térmico posterior a 480°C (en el caso del documento D04, apartado experimental).

La diferencia entre los procedimientos divulgados en los documentos citados y el procedimiento de la invención es la densidad de corriente que en este último caso es muy baja. En los procedimientos divulgados, aunque en algunos no se divulga y la comparación se ha realizado atendiendo a la concentración del electrolito, la densidad de corriente utilizada parece de varios órdenes de magnitud mayor. Por lo que no parece evidente que el experto en la materia pudiera llegar al procedimiento de la invención sin el ejercicio de actividad inventiva y con razonables expectativas de éxito.

Por lo tanto, a la vista de la información divulgada en el estado de la técnica, se considera que el procedimiento de la invención, recogido en las reivindicaciones 1 a 7, presenta actividad inventiva (Art. 8.1 LP).