

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 728 055**

51 Int. Cl.:

C01G 23/04 (2006.01)

B01J 37/03 (2006.01)

B01J 37/04 (2006.01)

B01J 13/00 (2006.01)

C01G 23/047 (2006.01)

C01G 23/053 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.12.2016 PCT/IB2016/057507**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.06.2017 WO17098473**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.12.2016 E 16820018 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.04.2019 EP 3377446**

54 Título: **Sol de dióxido de titanio neutro concentrado fotoactivo**

30 Prioridad:

10.12.2015 US 201562265530 P

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

22.10.2019

73 Titular/es:

**TRONOX LLC (100.0%)
3301 NW 150th St
Oklahoma City, OK 73134, US**

72 Inventor/es:

**KERROD, JULIE y
WAGSTAFF, ANTHONY**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 728 055 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

Sol de dióxido de titanio neutro concentrado fotoactivo

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a soles de nanopartículas de dióxido de titanio que son fotoactivas, neutras y en una forma sustancialmente concentrada.

10 **Antecedentes de la invención**

Los soles de dióxido de titanio (TiO₂) son útiles para formar recubrimientos sustancialmente transparentes o translúcidos que son beneficiosos en la eliminación de contaminantes, tales como los óxidos de nitrógeno (es decir, NOx) y los compuestos orgánicos volátiles (COV), del aire. Se sabe que tales capacidades surgen de las propiedades fotocatalíticas del dióxido de titanio nanoparticulado en el que la aplicación de radiación ultravioleta (UV) y radiación cercana a UV promueve la formación de radicales que pueden degradar (por ejemplo, oxidar) los NOx y los COV. Dichos recubrimientos también son autolimpiables, ya que muchos materiales de suciedad (por ejemplo, grasa, moho, hongos, algas, bacterias, etc.) también se oxidan en la superficie del recubrimiento debido a la fotoactividad de las nanopartículas de dióxido de titanio en el recubrimiento.

Es beneficioso proporcionar recubrimientos de dióxido de titanio fotoactivos en un pH neutro, que puede ser sustancialmente inodoro y no inflamable. Tales soles neutros se pueden aplicar como recubrimientos superficiales a base de agua fotoactivos respetuosos con el medio ambiente.

Los soles de dióxido de titanio neutros fotoactivos disponibles actualmente proporcionan los usos anteriores pero están limitados debido a la concentración de dióxido de titanio sustancialmente baja en la solución coloidal. Debido a la dificultad inherente en la formación de un sol de dióxido de titanio neutro, tales materiales conocidos están limitados en concentración al intervalo de aproximadamente 10-15 % en peso de nanopartículas de dióxido de titanio. Mientras que tales soles de baja concentración son efectivos para proporcionar las actividades deseadas, la baja concentración requiere inherentemente la presencia de un volumen sustancialmente grande de disolvente.

La alta concentración de disolvente inherente puede llevar a varias dificultades en el uso de soles de dióxido de titanio neutros fotoactivos. Por ejemplo, si se usa como aditivo en otros materiales de recubrimiento, la adición del dióxido de titanio también puede añadir un volumen sustancialmente grande y no deseado de disolvente al otro material de recubrimiento. Además, debido a que aproximadamente el 90 % en peso del sol neutro de dióxido de titanio fotoactivo típico consiste en disolvente, el transporte del sol de dióxido de titanio incluye espacio excesivo y requisitos de costes que podrían minimizarse si el sol de dióxido de titanio se pudiera proporcionar en una forma más concentrada. Además, un sol de dióxido de titanio neutro y fotoactivo con una mayor concentración podría encontrar usos expandidos a la luz de un almacenamiento y transporte simplificados y la capacidad de diluir el sol en el momento del uso según sea necesario para proporcionar las formulaciones deseadas, particularmente en mezcla con otros materiales de recubrimiento.

El documento US 2013/122074 A1 se refiere a un método para preparar un sol de dióxido de titanio fotocatalítico neutro, estable y transparente. El documento US 2009/209665 A1 se refiere a soles de dióxido de titanio estables, translúcidos o transparentes que comprenden dióxido de titanio amorfo y un agente peptizante orgánico, y métodos para preparar los soles.

En consecuencia, sigue existiendo la necesidad en el campo de métodos para formar soles de dióxido de titanio neutros, fotoactivos, en una forma altamente concentrada y las composiciones formadas por tales métodos.

50 **Sumario de la invención**

La invención se define por las reivindicaciones. La presente divulgación proporciona soles de dióxido de titanio neutros, fotoactivos, en una forma beneficiosamente concentrada, así como métodos para preparar dichos soles de dióxido de titanio concentrados. Aunque los soles de dióxido de titanio neutros, fotoactivos, se han descrito previamente en la técnica, dichos soles están limitados en cuanto a la concentración que se puede lograr. La presente divulgación proporciona métodos que son útiles para formar soles de dióxido de titanio neutros, fotoactivos, en forma concentrada, así como composiciones formadas usando tales soles.

En algunas realizaciones, la presente divulgación puede relacionarse con métodos para preparar un sol fotocatalítico neutro de dióxido de titanio. Por ejemplo, dichos métodos pueden comprender: lavar y deshidratar un gel de dióxido de titanio hidratado con un disolvente acuoso que tenga una concentración de cationes de aproximadamente 500 ppm o menos hasta lograr una conductividad del filtrado de aproximadamente 750 µS/cm o menos y formar una torta de filtro de dióxido de titanio; peptizar la torta del filtro de dióxido de titanio añadiendo la torta del filtro a un agente peptizante alcalino para proporcionar un sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con una concentración de TiO₂ de aproximadamente un 30 % en peso o mayor; y neutralizar el sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con un

ácido concentrado para proporcionar un sol de dióxido de titanio neutro fotocatalítico con un pH de aproximadamente 7 a aproximadamente 9 y una concentración de TiO_2 de aproximadamente un 30 % en peso o mayor. En realizaciones adicionales, los métodos de la presente divulgación pueden definirse adicionalmente en relación con una cualquiera o más de las siguientes declaraciones en cualquier combinación.

5 El lavado y la deshidratación pueden comprender procesar el gel de dióxido de titanio hidratado en una prensa de filtro.

10 El disolvente acuoso puede ser agua desmineralizada.

El disolvente acuoso puede tener una concentración de cationes de aproximadamente 100 ppm o menos.

El disolvente acuoso puede tener una concentración de Ca^{2+} de aproximadamente 50 ppm o menos.

15 El lavado y la deshidratación se pueden llevar a cabo hasta lograr una conductividad del filtrado de aproximadamente 600 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos.

El agente peptizante alcalino puede seleccionarse del grupo que consiste en una alquilamina, un hidróxido de amonio cuaternario y combinaciones de los mismos.

20 El agente peptizante alcalino se puede seleccionar del grupo que consiste en dietilamina (DEA), hidróxido de tetraetilamonio (TEAOH), y combinaciones de los mismos.

La torta del filtro de dióxido de titanio se puede añadir al agente peptizante mediante mezclado.

25 La peptización puede completarse sustancialmente en un tiempo de aproximadamente 90 minutos o menos.

El sol de dióxido de titanio alcalino peptizado puede tener una concentración de TiO_2 de aproximadamente un 40 % en peso o mayor.

30 El sol de dióxido de titanio alcalino peptizado puede tener un pH de aproximadamente 11 o más.

El ácido concentrado puede comprender ácido fosfórico.

35 El ácido fosfórico puede tener una concentración de aproximadamente el 75 % p/p o mayor.

La neutralización puede llevarse a cabo en un tiempo de aproximadamente 120 minutos o menos.

40 El sol neutro de dióxido de titanio puede tener un pH de aproximadamente 8 a aproximadamente 9 y una concentración de TiO_2 de aproximadamente 35 % en peso o mayor.

Las partículas de TiO_2 en el sol de dióxido de titanio neutro pueden tener un tamaño promedio de aproximadamente 50 nm o menos.

45 Aproximadamente el 90 % o más de las partículas de TiO_2 en el sol de dióxido de titanio neutro pueden estar en forma de anatasa.

El sol neutro de dióxido de titanio puede tener una viscosidad de aproximadamente 40 centipoises a aproximadamente 100 centipoises.

50 En algunas realizaciones, un método para preparar un sol fotocatalítico, de dióxido de titanio neutro, en particular puede comprender: procesar un gel de dióxido de titanio hidratado en una prensa de filtro con agua desmineralizada que tiene una concentración de Ca^{2+} de aproximadamente 50 ppm o menos hasta lograr una conductividad del filtrado de aproximadamente 500 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos y formar una torta de filtro de dióxido de titanio; peptizar la torta del filtro de dióxido de titanio añadiendo la torta del filtro a un agente peptizante alcalino con mezcla para proporcionar un sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con una concentración de TiO_2 de aproximadamente el 30 % en peso o mayor, dicha peptización se completa sustancialmente en un tiempo de aproximadamente 60 minutos o menos; y neutralizando el sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con ácido fosfórico a una concentración de aproximadamente el 85 % p/p o mayor para proporcionar un sol fotocatalítico neutro de dióxido de titanio con un pH de aproximadamente 8 a aproximadamente 9 y una concentración de TiO_2 de aproximadamente 35 % en peso o mayor.

La invención incluye, sin limitación, las siguientes realizaciones.

65 Realización 1: un método para preparar un sol fotocatalítico de dióxido de titanio neutro, que comprende: lavar y deshidratar un gel de dióxido de titanio hidratado con un disolvente acuoso que tenga una concentración de cationes

- de aproximadamente 500 ppm o menos hasta lograr una conductividad del filtrado de aproximadamente 750 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos y formando una torta de filtro de dióxido de titanio; peptizar la torta del filtro de dióxido de titanio añadiendo la torta del filtro a un agente peptizante alcalino para proporcionar un sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con una concentración de TiO_2 de aproximadamente 30 % en peso o mayor; y neutralizando el sol de dióxido de titanio
- 5 alcalino peptizado con un ácido concentrado para proporcionar un sol de dióxido de titanio neutro fotocatalítico con un pH de aproximadamente 7 a aproximadamente 9 y una concentración de TiO_2 de aproximadamente 30 % en peso o mayor.
- Realización 2: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el lavado y la
- 10 deshidratación comprenden procesar el gel de dióxido de titanio hidratado en una prensa de filtro.
- Realización 3: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el disolvente acuoso es agua desmineralizada.
- 15 Realización 4: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el disolvente acuoso tiene una concentración de catión de aproximadamente 100 ppm o menos.
- Realización 5: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el disolvente acuoso
- 20 tiene una concentración de Ca^{2+} de aproximadamente 50 ppm o menos.
- Realización 6: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el lavado y la
- deshidratación se llevan a cabo hasta lograr una conductividad del filtrado de aproximadamente 600 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos.
- 25 Realización 7: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el agente peptizante alcalino se selecciona del grupo que consiste en una alquilamina, un hidróxido de amonio cuaternario, y combinaciones de los mismos.
- Realización 8: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el agente peptizante
- 30 alcalino se selecciona del grupo que consiste en dietilamina (DEA), hidróxido de tetraetilamonio (TEAOH) y combinaciones de los mismos.
- Realización 9: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que la torta de filtro de
- dióxido de titanio se añade mediante mezcla.
- 35 Realización 10: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que la formación de péptidos se completa sustancialmente en un tiempo de aproximadamente 90 minutos o menos.
- Realización 11: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el sol de dióxido de
- 40 titanio alcalino peptizado tiene una concentración de TiO_2 de aproximadamente 40 % en peso o mayor.
- Realización 12: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el sol de dióxido de
- titanio alcalino peptizado tiene un pH de aproximadamente 11 o mayor.
- 45 Realización 13: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el ácido concentrado comprende ácido fosfórico.
- Realización 14: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el ácido fosfórico tiene
- una concentración de aproximadamente un 75 % p/p o mayor.
- 50 Realización 15: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que la neutralización se lleva a cabo en un tiempo de aproximadamente 120 minutos o menos.
- Realización 16: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el sol de dióxido de
- 55 titanio neutro tiene un pH de aproximadamente 8 a aproximadamente 9 y una concentración de TiO_2 de aproximadamente un 35 % en peso o mayor.
- Realización 17: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que Las partículas de TiO_2
- en el sol de dióxido de titanio neutro tienen un tamaño promedio de aproximadamente 50 nm o menos.
- 60 Realización 18: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que aproximadamente el 90 % o más de las partículas de TiO_2 en el sol de dióxido de titanio neutro están en forma de anatasa.
- Realización 19: El método de acuerdo con cualquier realización anterior o posterior, en el que el sol de dióxido de
- 65 titanio neutro tiene una viscosidad de aproximadamente 40 centipoises a aproximadamente 100 centipoises.

Realización 20: Un método para preparar un sol fotocatalítico, de dióxido de titanio neutro, comprendiendo el método:

5 procesar un gel de dióxido de titanio hidratado en una prensa de filtro con agua desmineralizada que tiene una concentración de Ca^{2+} de aproximadamente 50 ppm o menos hasta lograr una conductividad del filtrado de aproximadamente 500 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos y formar una torta de filtro de dióxido de titanio;

10 peptizar la torta del filtro de dióxido de titanio añadiendo la torta del filtro a un agente peptizante alcalino con mezcla para proporcionar un sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con una concentración de TiO_2 de aproximadamente el 30 % en peso o mayor, dicha peptización se completa sustancialmente en un tiempo de aproximadamente 60 minutos o menos;

15 neutralizar el sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con ácido fosfórico a una concentración de aproximadamente el 85 % p/p o mayor para proporcionar un sol fotocatalítico neutro de dióxido de titanio con un pH de aproximadamente 8 a aproximadamente 9 y una concentración de TiO_2 de aproximadamente un 35 % en peso o mayor.

20 La divulgación incluye el siguiente aspecto: un sol fotocatalítico neutro de dióxido de titanio preparado de acuerdo con un método de cualquier realización anterior.

25 Estas y otras características, aspectos y ventajas de la divulgación serán evidentes a partir de la lectura de la siguiente descripción detallada junto con los dibujos adjuntos, que se describen brevemente a continuación. La invención incluye cualquier combinación de dos, tres, cuatro o más de las realizaciones mencionadas anteriormente, así como combinaciones de cualquiera de las dos, tres, cuatro, o más características o elementos establecidos en esta divulgación, independientemente de si dichas características o elementos se combinan expresamente en una descripción de realización específica en el presente documento. Se pretende que esta descripción se lea de manera holística, de modo que cualquier característica o elemento separables de la invención divulgada, en cualquiera de sus diversos aspectos y realizaciones, debe considerarse que se puede combinar a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

30

Breve descripción de los dibujos

35 Con el fin de proporcionar una comprensión de las realizaciones de la divulgación, se hace referencia a los dibujos adjuntos, que no están necesariamente dibujados a escala, que son solo de ejemplo, y no deben interpretarse como limitantes de la divulgación, y en los que:

La figura 1 es un gráfico que muestra la reducción de NO_x de formulaciones comparativas frente a formulaciones preparadas de acuerdo con realizaciones de la presente divulgación;

40 La figura 2 es un gráfico que muestra una gráfica de caja de transparencia medida para formulaciones comparativas y formulaciones preparadas de acuerdo con realizaciones de la presente divulgación; y

La figura 3 es un gráfico que muestra la viscosidad a lo largo del tiempo de un sol concentrado preparado de acuerdo con realizaciones de la presente divulgación.

45

Descripción detallada de la invención

50 La presente invención se describirá a continuación más detalladamente en el presente documento. Sin embargo, la presente invención puede realizarse de muchas formas diferentes y no debe interpretarse como limitada a las realizaciones expuestas en el presente documento; más bien, estas realizaciones se proporcionan para que esta descripción sea exhaustiva y completa, y transmita completamente el alcance de la invención a los expertos en la técnica. Tal como se utiliza en esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones, las formas singulares "un", "uno/a" y "el/la" incluyen referencias en plural, a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

55 La presente divulgación proporciona la formación de soles de nanopartículas de dióxido de titanio que son fotoactivas, neutras y en una forma sustancialmente concentrada. Como se usa en el presente documento, el término "sol" puede referirse a una suspensión coloidal de partículas. Un sol de dióxido de titanio, en particular, puede referirse a una suspensión de partículas de TiO_2 en un disolvente.

60 Los soles de dióxido de titanio neutros fotoactivos divulgados en el presente documento particularmente pueden adaptarse para eliminar los óxidos de nitrógeno (NO_x) del aire. Como se usa en el presente documento, el término " NO_x " puede referirse a NO , NO_2 , o la suma de las especies de óxido de nitrógeno (incluyendo NO y NO_2) presentes en una muestra (o en el aire en general). La presente divulgación proporciona además métodos para eliminar NO_x y/o COV y/u otros contaminantes proporcionando recubrimientos o capas de soles de dióxido de titanio neutros, fotoactivos, donde dichos materiales pueden estar presentes.

65

En algunas realizaciones, la presente divulgación proporciona un método para preparar un sol fotocatalítico neutro de dióxido de titanio. El método puede comprender, por ejemplo, lavar y deshidratar un gel de dióxido de titanio hidratado con un disolvente acuoso para formar una torta de filtro de dióxido de titanio; peptizar la torta del filtro de dióxido de titanio añadiendo la torta del filtro a un agente peptizante alcalino para proporcionar un sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con una concentración de TiO_2 de aproximadamente 30 % en peso o mayor; y neutralizar el sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con un ácido concentrado para proporcionar un sol de dióxido de titanio neutro fotocatalítico con una concentración de TiO_2 de aproximadamente 30 % en peso o mayor. Los aspectos específicos de los métodos se describen más detalladamente a continuación. Además, los métodos pueden complementarse con los métodos descritos en la publicación de patente de EE.UU. N.º 2013/0122074 de Kerrod et al..

Mientras que los métodos anteriores de preparación de un sol de dióxido de titanio han consistido típicamente en decantación, los métodos de la presente divulgación pueden proporcionar un aumento de la concentración del material al menos en parte a través de la utilización de las etapas de lavado y deshidratación como se describe en el presente documento. El gel de dióxido de titanio hidratado se puede obtener a través de la neutralización de sales de sulfato de titanio, como las que se forman en el proceso típico de mineral de ácido sulfúrico. Por ejemplo, un gel de sulfato puede neutralizarse con hidróxido de amonio para proporcionar el gel de dióxido de titanio neutralizado.

Usando un proceso de lavado y deshidratación como se describe en el presente documento, es posible aumentar la concentración de TiO_2 en el material que se va a someter a peptización. En algunas realizaciones, el lavado y la deshidratación se pueden llevar a cabo utilizando una prensa de filtro. En tales métodos, el gel de dióxido de titanio hidratado se bombea a una unidad de prensa de filtro en la que los sólidos de dióxido de titanio se acumulan en las bandas de filtro. El aumento de la presión sobre las bandas del filtro a medida que se recolectan los sólidos es beneficioso para forzar los no sólidos a través de la banda y en el filtrado, aumentando así la concentración de TiO_2 en la torta o tortas de filtro formadas en las bandas. Si lo desea, se puede forzar el paso del aire a través de las tortas de filtro para eliminar aún más los no sólidos y aumentar la concentración de TiO_2 . Se puede utilizar cualquier tipo de prensa de filtro, como la prensa de filtro Outotec LAROX® de la serie PF.

Las tortas de filtro con los sólidos de TiO_2 se pueden lavar bombeando un disolvente acuoso a través de las tortas de filtro en las bandas. El disolvente acuoso, en algunas realizaciones, puede ser agua desmineralizada. Preferentemente, el disolvente acuoso tiene una baja concentración de iones interferentes que pueden causar aglomeración e inestabilidad del sol de dióxido de titanio resultante. Los iones interferentes en particular pueden ser cationes, y más particularmente cationes divalentes. En algunas realizaciones, el disolvente acuoso puede tener una concentración de cationes de aproximadamente 100 ppm o menos, aproximadamente 75 ppm o menos, o aproximadamente 50 ppm o menos. La presencia de Ca^{2+} particularmente, puede ser beneficiosa. En algunas realizaciones, el disolvente acuoso puede tener una concentración de Ca^{2+} de aproximadamente 75 ppm o menos, aproximadamente 50 ppm o menos, o aproximadamente 25 ppm o menos. El agua desmineralizada en particular puede ser útil para cumplir tales requisitos. Por el contrario, el agua del grifo a menudo puede contener concentraciones de Ca^{2+} superiores a 2.500 ppm.

En algunas realizaciones, el lavado se puede llevar a cabo hasta que el filtrado tenga una conductividad deseada. Cualquier método reconocido para medir la conductividad del filtrado se puede utilizar de acuerdo con la presente divulgación, como por ejemplo, los métodos descritos en ASTM D1125-14, Métodos de prueba estándar para conductividad eléctrica y resistividad del agua. En realizaciones particulares, se puede usar un medidor portátil de conductividad/TDS modelo 470 y se puede calibrar contra una solución estándar de cloruro de potasio 0,01M. El lavado se puede llevar a cabo preferentemente hasta que el filtrado tenga una conductividad medida de aproximadamente 700 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos, aproximadamente 600 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos, o aproximadamente 500 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos. La relación de lavado (es decir, la relación entre el volumen de agua de lavado y el volumen del líquido de la torta antes del lavado) puede estar en el intervalo de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 20:1, aproximadamente 5:1 a aproximadamente 15: 1, o aproximadamente 9: 1 a aproximadamente 13:1. El tiempo total de lavado puede variar desde aproximadamente 0,5 horas hasta aproximadamente 3 horas o desde aproximadamente 1 hora hasta aproximadamente 2 horas. Preferentemente, la torta de filtro después del lavado comprende aproximadamente 40 % o más en peso o aproximadamente 45 % o más en peso de TiO_2 según el peso total de la torta de filtro. El TiO_2 y el agua remanente en la torta de filtro representa, de forma preferente, aproximadamente el 95 % o más, aproximadamente el 98 % o más, o aproximadamente el 99 % o más en peso de la torta de filtro.

La peptización de la torta de filtro de dióxido de titanio se lleva a cabo preferentemente añadiendo la torta de filtro a un agente peptizante alcalino. El orden de adición puede ser particularmente importante para asegurar una peptización rápida y sustancialmente completa de la torta de filtro. Si el agente peptizante se agrega a la torta del filtro, se ha encontrado que se forma una suspensión semifluida, y la peptización avanza mal o no hay sustancialmente ninguna peptización que ocurra. Por el contrario, al añadir la torta de filtro al agente peptizante, se ha encontrado que la peptización ocurre de manera muy favorable. Preferentemente, la torta de filtro se añade al agente peptizante con mezcla, tal como la utilización de un mezclador de paletas. Bajo tales condiciones, a medida que se produce la peptización, la torta del filtro cambia rápidamente de ser relativamente sólida a ser un líquido

relativamente delgado. En algunas realizaciones, la peptización se puede completar en un tiempo de aproximadamente 2 horas o menos, aproximadamente 1,5 horas o menos, o aproximadamente 1 hora o menos.

Se pueden usar diversos agentes peptizantes de acuerdo con la presente divulgación. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el agente peptizante alcalino se puede seleccionar de los siguientes grupos: mono-, di y trialkilaminas; mono-, di- y triarilaminas; bases orgánicas con dos o más grupos funcionales (por ejemplo, dialcanolaminas y trialcanolaminas). Los agentes peptizantes de mono-, di y trialkilamina pueden comprender grupos alquilo lineales, ramificados o cíclicos. En particular, las aminas de ejemplo pueden incluir, pero no se limitan a, mono-, di o trimetil aminas; mono-, di- o trietilamina; mono-, di- o tripropilamina; mono-, di- o tributilamina, sec-butilamina, isobutilamina, isopropilamina, isoilamina, terc-amilamina, 2-metilbutilamina, 1-metilbutilamina, y combinaciones de los mismos. En una realización, el agente peptizante alcalino puede ser dietilamina (DEA).

Los ejemplos no limitantes de aminas con grupos alquilo cíclicos que se pueden usar de acuerdo con la presente divulgación incluyen ciclopropilamina, ciclobutilamina, ciclopentilamina, ciclohexilamina, ciclohepilamina y ciclooctilamina, así como sus derivados dialquilo y trialquilo. También pueden usarse aminas con diferentes grupos alquilo, tales como diisopropiletilamina, etilbutilamina, metiletilamina y similares. La presente descripción también abarca las aminas cíclicas, tales como pirrolidina, piperidina, morfolina y similares, así como sus derivados N-alquilo. En algunas realizaciones, se pueden usar terc-butilamina, trietilamina, propilamina, dipropilamina, diisopropiletilamina y similares como agentes peptizantes alcalinos.

En otra realización, el agente peptizante alcalino puede ser un hidróxido de amonio cuaternario. En algunas realizaciones, el hidróxido de amonio cuaternario puede seleccionarse del grupo que consiste en hidróxido de tetraalkilamonio en el que el alquilo contiene uno de C₁ a C₁₀ átomos o combinaciones de C₁ a C₁₀ átomos. El hidróxido de amonio cuaternario puede ser, por ejemplo, hidróxido de tetraetilamonio (TEAOH).

La concentración del agente peptizante puede variar dependiendo del material exacto utilizado. En algunas realizaciones, el agente peptizante puede usarse en una concentración de aproximadamente 5 % en peso a aproximadamente 25 % en peso. Por ejemplo, se puede usar DEA a una concentración de aproximadamente 10 % en peso a aproximadamente 20 % en peso (por ejemplo, aproximadamente 15 % en peso), y TEAOH se puede usar a una concentración de aproximadamente 5 % a aproximadamente 15 % en peso (por ejemplo, aproximadamente el 10 % en peso), basado en el peso de TiO₂ presente en la torta de filtro.

El sol de dióxido de titanio peptizado puede tener una concentración de TiO₂ de aproximadamente un 30 % en peso o más, aproximadamente un 35 % en peso o más, o aproximadamente un 40 % en peso o más. El pH del sol de dióxido de titanio peptizado puede estar en el intervalo de aproximadamente 11 a aproximadamente 13 (por ejemplo, aproximadamente 12).

El sol de dióxido de titanio alcalino peptizado se puede neutralizar con una composición ácida adecuada para llevar el pH del sol de dióxido de titanio al intervalo de aproximadamente 7 a aproximadamente 9 o de aproximadamente 7,5 a aproximadamente 8,5. La neutralización se puede llevar a cabo utilizando un solo ácido o una combinación de múltiples ácidos. Por ejemplo, se pueden usar ácidos minerales y/o ácidos orgánicos.

Preferentemente, se utiliza un ácido concentrado. El uso de un ácido concentrado puede ser particularmente beneficioso para mantener una alta concentración de TiO₂ en el sol. Por ejemplo, el 85 % de ácido fosfórico se puede usar en algunas realizaciones. Sin embargo, también se pueden usar otros ácidos fuertes. Preferentemente, un ácido concentrado tiene un contenido de ácido de al menos 75 % en peso, al menos 80 % en peso, o al menos 85 % en peso. El ácido concentrado se puede añadir al sol de dióxido de titanio peptizado de tal manera que no haya sustancialmente precipitación del TiO₂ coloidal. En particular, el ácido concentrado se puede añadir a una velocidad controlada que sea efectiva para evitar sustancialmente la precipitación. En una o más realizaciones, el ácido concentrado se puede añadir a una tasa de aproximadamente 5 % o menos por minuto, aproximadamente 2 % o menos por minuto, aproximadamente 1 % o menos por minuto, o aproximadamente 0,5 % o menos por minuto. En cada caso, el extremo inferior de la tasa de adición puede ser de al menos el 0,01 % por minuto. Más particularmente, la tasa de adición puede ser de aproximadamente 0,02 % por minuto a aproximadamente 5 % por minuto, de aproximadamente 0,05 % por minuto a aproximadamente 2 % por minuto, de aproximadamente 0,08 % por minuto a aproximadamente 1 % por minuto, o de aproximadamente 0,1 % por minuto a aproximadamente 0,5 % por minuto. El porcentaje puede basarse en la masa total del sol que se neutraliza. La relación de masa de ácido concentrado al sol que se neutraliza puede ser de aproximadamente 1: 2 a aproximadamente 2: 1 o aproximadamente 1: 1. El proceso de neutralización se puede llevar a cabo en un tiempo de unos 120 minutos o menos o de unos 90 minutos o menos.

El sol de dióxido de titanio neutralizado puede tener un pH inicial en el extremo inferior del intervalo anotado arriba, por ejemplo, aproximadamente 7,25. El pH del sol de dióxido de titanio puede aumentar en el transcurso de aproximadamente 10 días antes de estabilizarse dentro del intervalo indicado anteriormente, particularmente en el intervalo de aproximadamente 7,5 a aproximadamente 8,5.

El sol neutro de dióxido de titanio puede tener una concentración de TiO_2 de aproximadamente el 35 % en peso o mayor o aproximadamente el 40 % en peso o mayor en función del peso total del sol. Las partículas de TiO_2 en el sol de dióxido de titanio pueden tener un tamaño de partícula promedio que es inferior a aproximadamente 100 nm, inferior a aproximadamente 50 nm, inferior a aproximadamente 25 nm, o inferior a aproximadamente 10 nm (por ejemplo, aproximadamente 1 nm a aproximadamente 50 nm, aproximadamente 1 nm a aproximadamente 40 nm, o aproximadamente 2 nm a aproximadamente 20 nm). El área superficial preferentemente puede ser de al menos aproximadamente 50 m^2/g , al menos aproximadamente 100 m^2/g , al menos aproximadamente 200 m^2/g , o al menos aproximadamente 250 m^2/g (por ejemplo, de aproximadamente 50 m^2/g a aproximadamente 500 m^2/g , de aproximadamente 100 m^2/g a aproximadamente 450 m^2/g , o de aproximadamente 150 m^2/g a aproximadamente 400 m^2/sol). La estructura cristalina puede ser preferentemente la forma anatasa; sin embargo, una porción de las partículas puede estar en forma de rutilo. La caracterización de partículas se puede llevar a cabo utilizando técnicas conocidas, como microscopía electrónica de transmisión (TEM), espectroscopia de difracción de rayos X (DRX) o las técnicas de dispersión de la luz (como dispersión dinámica de la luz, por Malvern Instruments Ltd., U.K.).

El sol fotocatalítico y neutro de dióxido de titanio puede incluir un disolvente acuoso, particularmente agua, que se puede usar solo o combinado con un disolvente miscible en agua, como un alcohol. El sol de dióxido de titanio puede incluir opcionalmente ingredientes adicionales siempre que la adición de dichos ingredientes no tenga un impacto negativo medible en la transparencia o estabilidad del sol. Ejemplos no limitantes de otros materiales que pueden estar presentes además de TiO_2 y el disolvente puede incluir agentes bactericidas, solventes orgánicos (por ejemplo, alcoholes), auxiliares formadores de película, agentes secuestrantes y ajustadores de pH.

El sol de dióxido de titanio se puede utilizar para formar una capa de recubrimiento sobre un sustrato, cuya capa de recubrimiento puede ser particularmente útil en la eliminación de NO_x , COV u otros materiales de su entorno. La capa de recubrimiento puede proporcionar un nivel requerido de transparencia o translucidez que proporciona la capacidad fotocatalítica requerida. La transparencia se puede caracterizar en relación con la cantidad de luz visible (es decir, en el intervalo de longitud de onda de aproximadamente 400 nm a aproximadamente 700 nm) que pasa a través de la capa. Preferentemente, la transparencia es tal que al menos aproximadamente el 50 %, al menos aproximadamente el 60 %, al menos aproximadamente el 70 %, al menos aproximadamente el 80 %, o al menos aproximadamente el 90 % (por ejemplo, aproximadamente el 50 % a aproximadamente el 99 %, aproximadamente el 60 %) a aproximadamente el 98 %, o aproximadamente el 65 % a aproximadamente el 95 % de la luz en el espectro visible que incide en la capa que la atraviesa.

Una capa de recubrimiento del sol fotocatalítico y dióxido de titanio neutro de acuerdo con la presente descripción puede ser efectiva para la eliminación de NO_x del aire. Por ejemplo, la capa de recubrimiento puede proporcionar una reducción de NO_x de al menos aproximadamente el 25 %, al menos aproximadamente el 30 %, al menos aproximadamente el 40 %, o al menos aproximadamente el 50 % en peso. La reducción de NO_x puede caracterizarse durante un tiempo específico. Por ejemplo, un recubrimiento de un sol de dióxido de titanio neutro fotocatalítico de acuerdo con la presente descripción puede proporcionar al menos aproximadamente un 30 % en peso de reducción de NO_x durante un tiempo de al menos aproximadamente 4 semanas, al menos aproximadamente 10 semanas, al menos aproximadamente 20 semanas, al menos unas 50 semanas, o al menos unas 100 semanas. En algunas realizaciones, dicho recubrimiento puede exhibir al menos aproximadamente un 40 % de reducción de NO_x después de un tiempo de al menos aproximadamente 20 semanas, al menos aproximadamente 50 semanas, o al menos aproximadamente 100 semanas medido desde el momento de la formación de la capa de recubrimiento. Dicha duración puede basarse en la capa de recubrimiento que se somete a la intemperie natural (es decir, al exterior, a las condiciones ambientales) durante la duración de la prueba. Las capas de recubrimiento pueden proporcionarse, por ejemplo, a una distribución de 10 g/m^2 sobre un sustrato de hormigón.

El sol fotocatalítico de dióxido de titanio neutro de acuerdo con la presente divulgación puede exhibir una excelente estabilidad, cuya estabilidad puede caracterizarse en relación con la viscosidad del sol. La inestabilidad dentro de un sol coloide se puede detectar por cambios en la viscosidad. En particular, los grandes aumentos en la viscosidad, o incluso la gelificación del material, pueden indicar que se está produciendo una aglomeración de partículas inestables. Aunque la viscosidad puede variar ligeramente según la temperatura ambiente, un sol de dióxido de titanio de acuerdo con la presente divulgación puede tener una viscosidad de aproximadamente 0,04 Pa.s (40 centipoises) a aproximadamente 0,1 Pa.s (100 centipoises), aproximadamente 0,045 Pa.s (45 centipoises) a aproximadamente 0,095 Pa.s (95 centipoises), o aproximadamente 0,05 Pa.s (50 centipoises) a aproximadamente 0,09 Pa.s (90 centipoises). La estabilidad puede caracterizarse porque, después del almacenamiento en condiciones ambientales (temperatura ambiente) durante un tiempo de al menos aproximadamente 4 semanas, al menos aproximadamente 10 semanas, al menos aproximadamente 20 semanas, al menos aproximadamente 50 semanas o al menos aproximadamente 90 semanas, la viscosidad del sol aumenta en no más de aproximadamente 0,02 Pa.s (20 centipoises). En algunas realizaciones, después de las mismas condiciones de almacenamiento y tiempos, la viscosidad del sol no puede ser mayor que 0,1 Pa.s (100 centipoises) o no mayor que 0,09 Pa.s (90 centipoises). Dichas lecturas de viscosidad pueden aplicarse, por ejemplo, a un sol que comprende aproximadamente 37 % en peso de TiO_2 y que tiene un tamaño promedio de partícula de TiO_2 de aproximadamente 40 nm.

65

Sección experimental

La presente invención se ilustra más completamente mediante los siguientes ejemplos, que se exponen para ilustrar la presente invención y no deben considerarse como limitantes de la misma. A menos que se indique lo contrario, todas las partes y porcentajes son en peso, y todos los porcentajes en peso se expresan en base seca, lo que significa que se excluye el contenido de agua, a menos que se indique lo contrario.

Ejemplo 1 - Porcentaje de reducción de NOx

Se llevaron a cabo pruebas para confirmar que un sol concentrado diluido preparado de acuerdo con la presente divulgación proporcionó una reducción de NOx que fue comparativa a la reducción de NOx proporcionada por un sol que inicialmente estaba formada por una concentración de TiO₂ de aproximadamente un 10 %. Las pruebas confirmaron que formar primero un sol concentrado y diluir después a una concentración de TiO₂ del 10 % no reducía sustancialmente la capacidad de reducción de NOx en comparación con un sol preformado con una concentración de TiO₂ del 10 %.

Se preparó una formulación de acuerdo con la presente divulgación para que sea un sol de TiO₂ neutro con una concentración de TiO₂ de aproximadamente el 35 % en peso según el peso total del sol. La formulación concentrada se diluyó con agua desionizada hasta obtener una concentración de TiO₂ de aproximadamente el 10 % en peso según el peso total del sol. La formulación diluida se probó contra sol transparente de TiO₂ CristalACTiV™ PCS7 (10 % en peso), disponible de Cristal.

Usando un cepillo de aire, cada sol se roció sobre un panel de concreto de 120 mm por 15 mm para dar un TiO₂ Peso de recubrimiento de 10 g/m². Esto se realizó por duplicado para cada sol. Las muestras duplicadas del concentrado diluido de acuerdo con la presente divulgación se etiquetaron PCX-S7-1 y PCX-S7-2, y las muestras duplicadas comparativas se etiquetaron PC-S7 y PC-S7-1. Después del secado, se tomaron las lecturas iniciales de reducción de NOx para cada muestra.

Para el presente ensayo, después de tomar las lecturas iniciales, las muestras se envejecieron al aire libre con atemperado natural, y se obtuvieron lecturas de seguimiento después de 5, 9, 16, 21, 28, 35, 40, 46, 54, 73, 82, 99, y 121 semanas. Para las evaluaciones, las muestras se colocaron en un analizador de NOx bajo un flujo de NO, y las lecturas se tomaron con luz aplicada. Se puede usar un analizador de NOx, como el EnviroTech NOx Analyzer modelo T200, Otros analizadores de NOx están disponibles comercialmente, como Teledyne Technologies Incorporated, Altech Environment USA y Emerson Process Management. El analizador de NOx consiste en una cámara de prueba sellada (por ejemplo, un tubo de cuarzo), una fuente de luz configurada para iluminar la cámara de prueba, una fuente de gas NO, tubos para el suministro de gas NO a la cámara de prueba, un analizador configurado para detectar la presencia de NOx, tubería para el suministro de gas desde la cámara de prueba al analizador, una fuente de aire purificado (libre de NOx), tubería para la entrega de aire purificado a la cámara de prueba, un humidificador opcional para la entrega de vapor de agua a la prueba Cámara, válvulas y bombas. Al menos la cámara de prueba está en un contenedor a prueba de luz para permitir lecturas "oscuras". Para cada prueba, las lecturas de concentración de NOx se tomaron sin la luz aplicada y luego nuevamente con la luz aplicada para evaluar la reducción de NOx en las condiciones fotocatalíticas. Los resultados de la prueba se muestran en la TABLA 1 a continuación y se ilustran en la Figura 1.

45

TABLA 1

		% de reducción de NOx			
5	Semanas a prueba	PCX-S7-1 (sol. conc.)	PC-S7-1 (sol al 10 %)	PCX-S7-2 (sol. conc.)	PC-S7 (sol al 10 %)
	0	60,3	61,8	56,3	62,4
	5	30,3	47,1	39,8	37,2
10	9	52,9	53,1	48,8	44,6
	16	43,0	43,8	47,7	29,8
	21	41,8	43,5	40,9	27,8
	28	39,7	34,6	34,6	28,3
15	35	36,2	38,5	40,9	26,8
	40	33,8	35,0	26,2	26,9
	48	48,4	36,9	43,4	39,3
20	54	43,8	39,2	34,3	39,2
	73	36,0	28,1	29,0	26,5
	82	41,1	42,3	40,6	37,4
	99	46,3	47,6	46,7	35,2
25	121	46,3	47,7	39,7	45,5
	Total acumulativo	599,8	599,3	568,8	506,9

30 Como se ve en la TABLA 1 y la figura 1, las formulaciones preparadas mediante la dilución de un sol concentrado de acuerdo con la presente divulgación mostraron una reducción de NOx que fue sustancialmente igual al sol que se formó previamente a la concentración más baja [diferencia en % de reducción de NOx entre PCX-S7-1 (total acumulado de 599.8) y PC-S7-1 (total acumulativo de 599.3) fue de 0,083 %] o mostró una reducción acumulada incrementada [aumento de 12.2 % para PCX-S7-2 (total acumulado de 568.8) en relación con PC-S7 (total acumulativo de 506.9)].

La presencia de cualquier aumento en la reducción de NOx fue sorprendente ya que los soles probados en relación con la TABLA 1 y la figura 1 tenía la misma concentración durante la fase de prueba. Como tal, se ha demostrado que el sol concentrado podría formarse y luego diluirse y aún producir los mismos o mejores resultados en la reducción de NOx en comparación con el sol diluido convencional. Además de ser amigable con el medio ambiente con respecto a la reducción de NOx, la invención también contribuye a la sostenibilidad en que se necesita menos disolvente (por ejemplo, agua) para crear y almacenar el sol, es decir, el agua adicional necesaria para formar el sol diluido se puede reutilizar hasta que Tiempo en que el usuario necesita el sol diluido.

45 **Ejemplo 2 - Transparencia**

Se llevaron a cabo pruebas para confirmar que un sol concentrado diluido preparado de acuerdo con la presente divulgación proporcionó un nivel de transparencia que fue comparativo a la transparencia de un sol que se formó originalmente con un una concentración de TiO2 aproximada del 10 %. Se usaron las formulaciones de la invención y las formulaciones comparativas del Ejemplo 1.

Los soles se dibujaron en un panel de vidrio limpio de 50 mm por 100 mm utilizando una barra de extracción de 50 micrones. Los soles se dejaron secar en condiciones ambientales durante 24 horas.

55 Usando un espectrómetro Perkin Elmer UV/Vis, se midió el porcentaje de transmisión para cada longitud de onda de 400 a 700 nm para cada muestra. En la figura 3 se muestra un diagrama de caja de la comparación de la transparencia de cada película seca. 2, en donde mayor porcentaje de transmisión indica mayor transparencia. En la Fig. 2, la línea horizontal en cada caja representa el porcentaje de transmisión de la mediana para cada material de prueba. Como tales, los valores medios de transmisión en porcentaje fueron los siguientes: PC-S7-1 (73.8 %); PC-S7-2 (75.1 %); conc. 1 (75,7 %); y conc. 2 (75,8 %). Como se puede ver en estos valores medianos, los soles resultantes de las composiciones concentradas tuvieron una transparencia más alta que un sol convencionalmente diluido. Nuevamente, la presencia de cualquier aumento fue sorprendente ya que todos los soles utilizados en la prueba sobre vidrio tenían la misma concentración del 10 % en el momento de uso.

65

Ejemplo 3 - Estabilidad

- Es más difícil mantener la estabilidad de TiO_2 a concentraciones más altas debido a la posibilidad de aglomeración y descomposición de la naturaleza coloidal del sol, que se manifiesta por un aumento de la viscosidad. Por consiguiente, como medida de la estabilidad, la viscosidad de la solución del sol concentrado se midió utilizando un viscosímetro Brookfield. Se preparó un sol concentrado con un concentrado de TiO_2 al 37 % como se describe en el presente documento. La viscosidad de la solución se probó durante 74 semanas, y el gráfico de viscosidad se muestra en la figura 3. Como se ve allí, la viscosidad del sol concentrado después del envejecimiento durante 74 semanas fue sustancialmente la misma que la viscosidad al comienzo de la prueba. Incluso a las 98 semanas, no hubo un aumento sustancial de la viscosidad en relación con la fecha de inicio de la prueba.
- 5
- 10 Muchas modificaciones y otras realizaciones de la invención vendrán a la mente de un experto en la técnica a la que pertenece la presente invención que tiene el beneficio de las enseñanzas presentadas en la descripción anterior. Por lo tanto, debe entenderse que la invención no debe limitarse a las realizaciones específicas descritas y que se pretende que las modificaciones y otras realizaciones estén incluidas dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas. Aunque los términos específicos se emplean en el presente documento, se usan solo en un sentido
- 15 genérico y descriptivo y no con fines limitativos.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar un sol fotocatalítico, de dióxido de titanio neutro, comprendiendo el método:
- 5 lavar y deshidratar un gel de dióxido de titanio hidratado con un disolvente acuoso que tenga una concentración de catión de 500 ppm o menos hasta lograr una conductividad del filtrado de 750 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos y formar una torta de filtro de dióxido de titanio;
- 10 peptizar la torta del filtro de dióxido de titanio añadiendo la torta del filtro a un agente peptizante alcalino para proporcionar un sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con una concentración de TiO_2 del 30 % en peso o mayor;
- 15 neutralizar el sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con un ácido concentrado para proporcionar un sol de dióxido de titanio neutro fotocatalítico con un pH de 7 a 9 y una concentración de TiO_2 del 30 % en peso o mayor.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el lavado y la deshidratación comprenden procesar el gel de dióxido de titanio hidratado en una prensa de filtro.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el disolvente acuoso es agua desmineralizada.
- 20 4. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el disolvente acuoso tiene una concentración de cationes de 100 ppm o menos.
5. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el disolvente acuoso tiene una concentración de Ca^{2+} de 50 ppm o menos.
- 25 6. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el lavado y la deshidratación se llevan a cabo hasta lograr una conductividad del filtrado de 600 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos.
- 30 7. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el agente peptizante alcalino se selecciona del grupo que consiste en una alquilamina, un hidróxido de amonio cuaternario, y combinaciones de los mismos; opcionalmente, en el que el agente peptizante alcalino se selecciona del grupo que consiste en dietilamina (DEA), hidróxido de tetraetilamonio (TEAOH) y combinaciones de los mismos.
- 35 8. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la torta de filtro de dióxido de titanio se añade mezclando; opcionalmente, en el que la peptización se completa sustancialmente en un tiempo de 90 minutos o menos.
9. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el sol de dióxido de titanio alcalino peptizado tiene una concentración de TiO_2 del 40 % en peso o mayor.
- 40 10. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el sol de dióxido de titanio alcalino peptizado tiene un pH de 11 o superior.
11. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el ácido concentrado comprende ácido fosfórico; opcionalmente, en el que el ácido fosfórico tiene una concentración de 75 % p/p o mayor.
- 45 12. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la neutralización se lleva a cabo en un tiempo de 120 minutos o menos.
- 50 13. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el sol neutro de dióxido de titanio tiene un pH de 8 a 9 y una concentración de TiO_2 del 35 % en peso o mayor.
14. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el 90 % o más de las partículas de TiO_2 en el sol de dióxido de titanio neutro están en forma de anatasa.
- 55 15. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 para preparar un sol fotocatalítico neutro de dióxido de titanio, comprendiendo el método:
- 60 procesar un gel de dióxido de titanio hidratado en una prensa de filtro con agua desmineralizada que tiene una concentración de Ca^{2+} de 50 ppm o menos hasta lograr una conductividad del filtrado de 500 $\mu\text{S}/\text{cm}$ o menos y formar una torta de filtro de dióxido de titanio;
- 65 peptizar la torta del filtro de dióxido de titanio añadiendo la torta del filtro a un agente peptizante alcalino con mezcla para proporcionar un sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con una concentración de TiO_2 del 30 % en peso o mayor, dicha peptización se completa sustancialmente en un tiempo de 60 minutos o menos;

ES 2 728 055 T3

neutralizar el sol de dióxido de titanio alcalino peptizado con ácido fosfórico a una concentración de 85 % p/p o mayor para proporcionar un sol fotocatalítico neutro de dióxido de titanio con un pH de 8 a 9 y una concentración de TiO_2 del 35 % en peso o mayor.

5

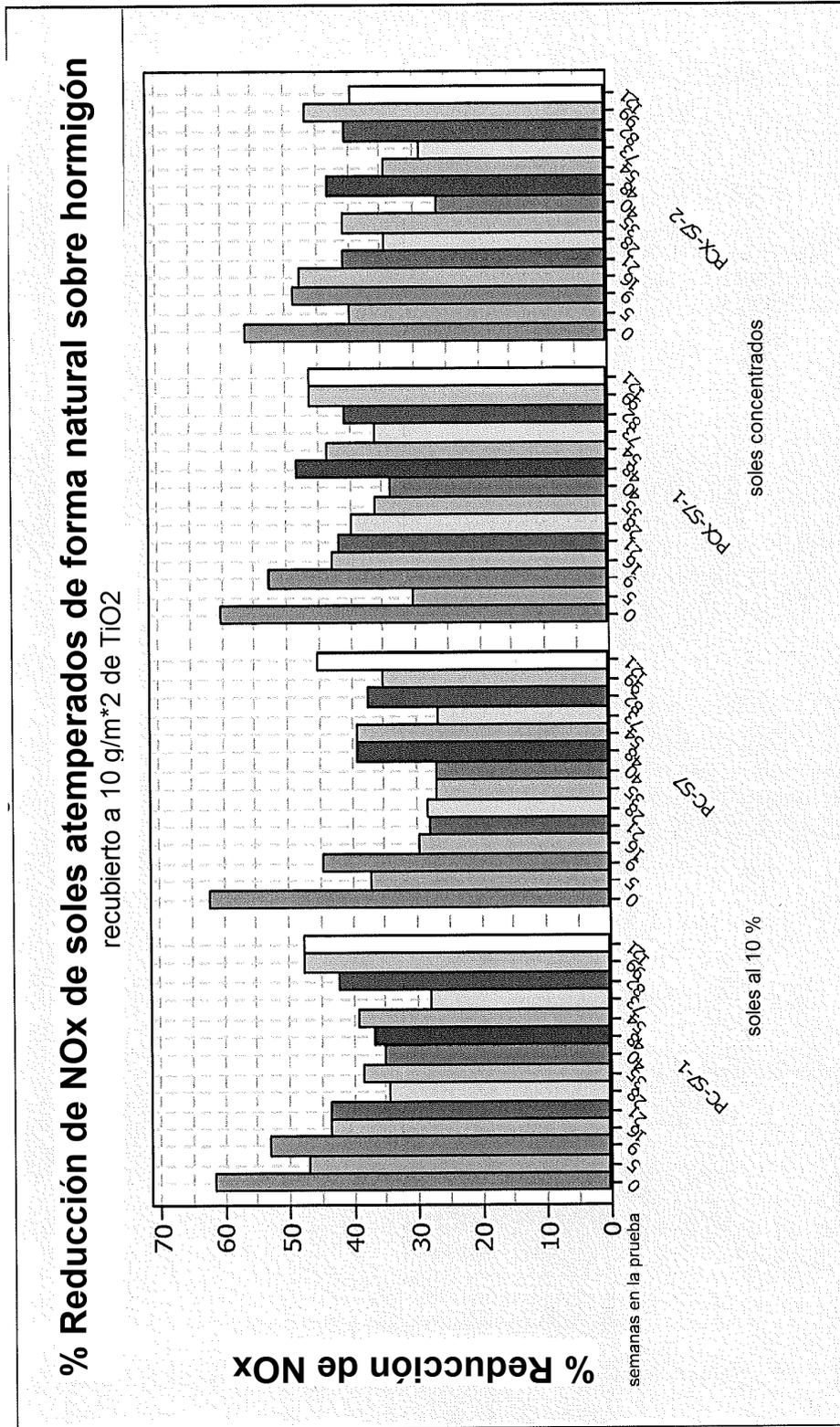


FIG. 1

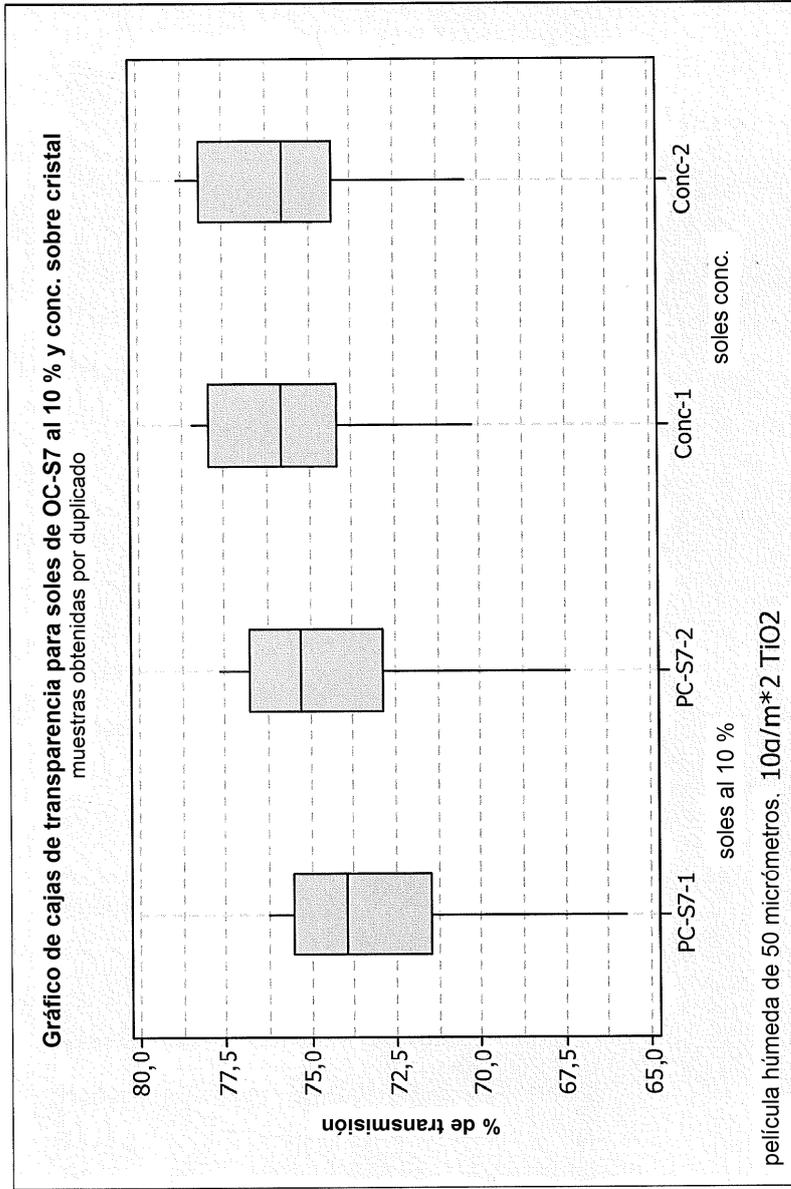


FIG. 2

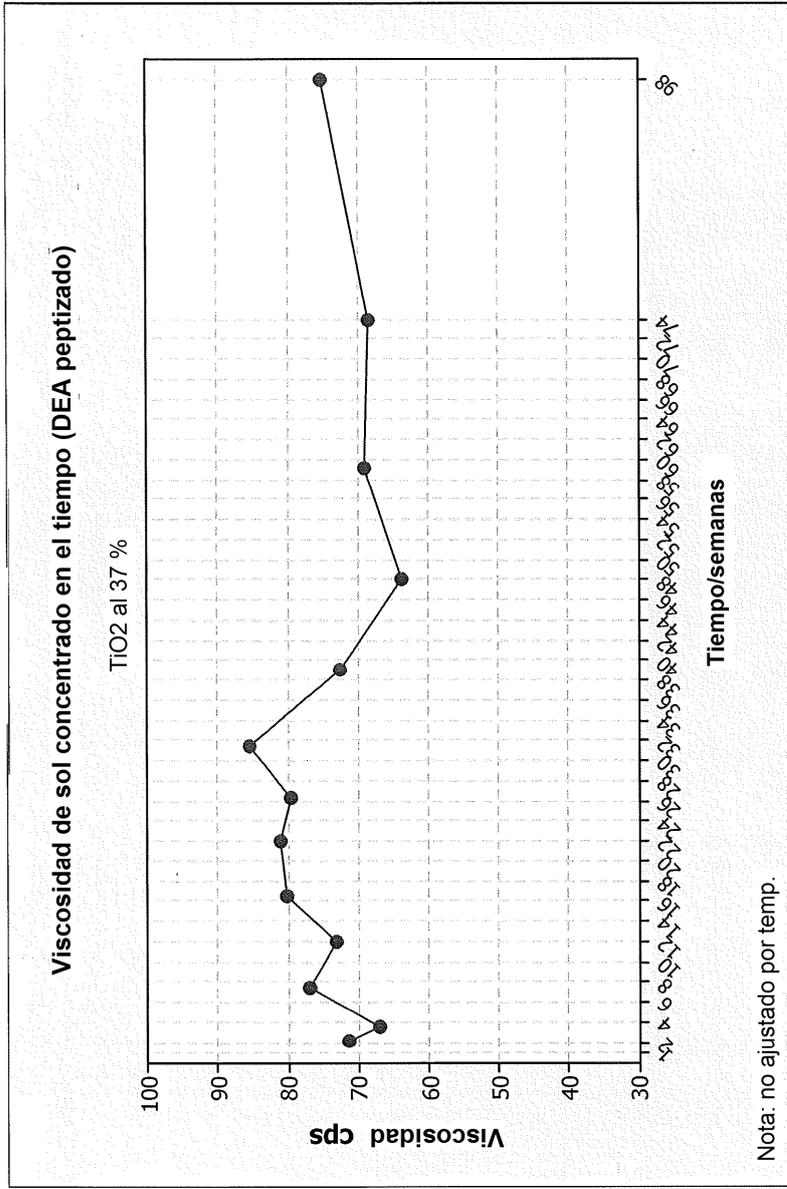


FIG. 3