

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 856 942**

51 Int. Cl.:

**B01J 35/10** (2006.01)

**B01J 35/00** (2006.01)

**B01J 37/02** (2006.01)

**B01J 21/06** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.10.2015 PCT/DK2015/050303**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.04.2016 WO16055074**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.10.2015 E 15790452 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.12.2020 EP 3204156**

54 Título: **Método para producir un producto bituminoso fotocatalítico**

30 Prioridad:

**10.10.2014 DK 201470630**

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

**28.09.2021**

73 Titular/es:

**PHOTOCAT A/S (100.0%)  
Langebjerg 4  
4000 Roskilde, DK**

72 Inventor/es:

**HUMLE, JONATHAN MICHAEL HETLAND**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 856 942 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

Método para producir un producto bituminoso fotocatalítico

### Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para producir un producto bituminoso fotocatalítico.

### 5 Antecedentes de la invención

La contaminación atmosférica y la contaminación superficial, así como también la proliferación de algas, constituyen problemas importantes en los edificios.

10 Los compuestos fotocatalíticos tales como  $\text{TiO}_2$  se pueden usar para producir materiales de construcción inteligentes que pueden reducir, por ejemplo, el elevado nivel de contaminante que representa un riesgo para la salud humana en las grandes ciudades.

Una estrategia común consiste en aplicar compuestos fotocatalíticos a las superficies de construcción sujetas a irradiación solar durante el día. Por ejemplo, los tejados son superficies que están expuestas a la luz solar durante varias horas al día.

15 Por ejemplo, se puede mezclar polvo de dióxido de titanio con cemento y otros materiales aglutinantes para producir un pavimento fotocatalítico.

El documento US 2010/0190633 A1 divulga una composición de revestimiento. La composición de revestimiento comprende una dispersión de fotocatalizadores que tiene un tamaño medio de asociación menor que aproximadamente 300 nm y un aglutinante de silicato de metal alcalino. El mismo documento también divulga un artículo revestido. El artículo revestido tiene un revestimiento fotocatalítico con transparencia mejorada sobre su superficie externa, que está formado a partir de la composición de revestimiento anteriormente mencionada.

20 El documento EP2055857 A1 consiste en una cara descontaminante para una estructura de construcción, por ejemplo, una membrana para tejado, que incluye una primera y segunda capas. La primera capa actúa como base para la al menos la segunda capa, en la que la segunda capa consiste en gránulos que comprenden dióxido de titanio de anatasa que reduce  $\text{NO}_x$ . La primera capa puede constituir una membrana bituminosa o un panel formado por un plástico o metal. Los gránulos se pueden fijar a la membrana de tejado por medio de presión o calandrado sobre la mezcla bituminosa caliente que intercala los gránulos en la membrana bituminosa. Los gránulos pueden estar formados por dióxido de titanio de anatasa y un aglutinante mineral, por ejemplo, silicato o fosfato.

25 Un inconveniente de estos materiales es la gran cantidad de polvo de dióxido de titanio usada. El polvo de dióxido de titanio se tiene que mezclan en gran cantidad para lograr una actividad aceptable frente a la reducción de contaminantes, ya que no todo el polvo de dióxido de titanio se encuentra disponible para las reacciones fotocatalíticas.

30 De este modo, un método eficaz para producir materiales fotocatalíticos que están expuestos a luz solar durante varias horas al día podría resultar ventajoso.

35 En particular, un método de producción de materiales fotocatalíticos que están expuestos a luz solar durante varias horas al día, que emplea una baja cantidad de materiales catalíticos y logra elevada actividad en la degradación de contaminantes, tales como  $\text{NO}_x$ ,  $\text{SO}_2$  u otros Compuestos Orgánicos Volátiles (COV), podría resultar ventajoso.

### Objetivo de la invención

40 Se puede apreciar como objetivo de la invención proporcionar un método para producir materiales fotocatalíticos que están expuestos a luz solar durante varias horas al día, tales como fieltro para tejados, que tengan elevada actividad frente a la degradación de contaminantes atmosféricos y agua, reducción de la proliferación de algas y reducción de la suciedad provocada por bitumen.

Es un objetivo de la presente invención solucionar, total o parcialmente, las desventajas anteriores y los inconvenientes de la técnica anterior.

45 Un objetivo de la presente invención consiste en proporcionar una alternativa a la técnica anterior. En particular, se puede apreciar también como objetivo de la presente invención proporcionar un método más rentable y de bajo coste para producir materiales fotocatalíticos destinados a fieltro para tejados.

### Sumario de la invención

La invención es el método definido en las reivindicaciones adjuntas.

50 De este modo, se pretende que el objetivo descrito anterior y otros objetivos se obtengan en un primer aspecto de la invención mediante el suministro de un método de producción de un producto bituminoso fotocatalítico,

- comprendiendo el método: impregnar una lámina con una capa orgánica; revestir dicha capa orgánica con una capa inorgánica, en el que el revestimiento comprende rociar dicha capa orgánica con granulados minerales, y posteriormente revestir de forma adicional dicha capa orgánica con granulados minerales por medio de deposición de nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre dicha capa orgánica con granulados minerales, depositando de este modo las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre los granulados minerales rociados.
- 5 La lámina puede ser una lámina de fibra o papel, por ejemplo, rocío de fibra de vidrio, o cualquier otro material de base destinado a fieltro para tejados, para formar tejas y tela asfáltica para tejados usados en la construcción de edificios.
- 10 La impregnación se define como revestimiento con una capa orgánica que puede penetrar al menos parcialmente en la lámina que se encuentra debajo.
- La capa orgánica puede ser bitumen, asfalto o alquitrán, u otras composiciones de hidrocarburos aromáticos saturados, no saturados y aromáticos usados en la construcción de edificios. De este modo, el producto bituminoso se define como un producto que comprende entre bitumen o asfalto o alquitrán, u otras composiciones de hidrocarburos aromáticos saturados o insaturados, usados en la construcción de edificios.
- 15 El rociado se define como la dispersión en gotas o partículas de la capa orgánica con gránulos por cualquier medio.
- Los granulados minerales o gránulos son un agregado natural o sintético usado en el material de tejado superficial, tal como fieltro para tejados.
- 20 Los granulados minerales a rociar pueden estar pigmentados, es decir, es posible aplicar un pigmento previamente para modificar su coloración.
- Los granulados minerales a rociar también se pueden tratar previamente para otorgar funcionalización por medio de otros compuestos. Por ejemplo, los granulados minerales pueden tener actividad fotocatalítica cuando se exponen a, o se revisten con, materiales fotocatalíticos.
- 25 Por ejemplo, un método de producción de granulados minerales fotocatalíticos puede comprender: depositar nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre granulados minerales; y secar los granulados minerales.
- Otro método de producción de granulados minerales fotocatalíticos puede comprender: revestir los granulados minerales con pigmentos; depositar las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre los granulados minerales; secar los granulados minerales; en el que la deposición puede tener lugar antes del secado o después de la etapa de secado.
- 30 El revestimiento de la capa orgánica comprende además revestir la lámina impregnada por medio de deposición de nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre la lámina impregnada.
- Las partículas de dióxido de titanio fotocatalítico son partículas de dióxido de titanio fotocatalítico que tienen tamaño nanométrico y propiedades fotocatalíticas.
- 35 El revestimiento comprende depositar las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre los granulados minerales.
- La deposición comprende pulverizar una dispersión que comprende nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre la lámina impregnada.
- La deposición comprende pulverizar una dispersión que comprende nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre los granulados minerales.
- 40 En algunas realizaciones, el método además comprende:
- enfriar la lámina; y enrollar la lámina.
- El enfriamiento de la lámina se puede lograr por diferentes medios, por ejemplo, mediante enfriamiento por aire. El revestimiento de la lámina impregnada puede tener lugar durante el enfriamiento. El revestimiento también puede tener lugar antes de la etapa de enrollado. En algunas realizaciones, el revestimiento puede tener lugar después del rociado, pero antes de la etapa de enfriamiento.
- 45 La dispersión depositada o pulverizada sobre la lámina impregnada puede ser una dispersión acuosa.
- La dispersión puede comprender: un disolvente, preferentemente agua; uno o más co-disolventes, preferentemente alcohol, tal como isopropanol hasta un 15% en peso, más preferentemente hasta un 10% en peso; nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico dentro del intervalo entre un 15% en peso y un 2,5% en peso, tal como un 10% en peso o un 5% en peso; y medios para mantener la dispersión estable, tal como un agente de dispersión.
- 50

- La dispersión puede además comprender un agente de estabilización de pH, tal como una sustancia alcalina; por ejemplo, aminas y/o amoníaco.
- 5 La dispersión además puede comprender compuestos que contienen sílice dentro de un intervalo entre hasta un 15% en peso, por ejemplo, un 10% en peso o un 5% en peso o un 2,5% en peso o un 1,0% en peso. La dispersión puede comprender además un agente humectante que proporcione buena propagación de la dispersión sobre un sustrato que no sea hidrófilo.
- La dispersión pulverizada es una dispersión estable, es decir, las nanopartículas permanecen en disolución sin precipitación.
- 10 La invención puede proporcionar un producto bituminoso que comprende: una lámina, una capa orgánica depositada sobre dicha lámina; una capa inorgánica depositada sobre la capa orgánica; en la que la capa orgánica comprende nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico.
- Las nanopartículas se ubican sobre al menos una parte de la superficie externa de la capa inorgánica.
- Las nanopartículas pueden estar químicamente unidas a al menos una parte de una superficie externa de la capa inorgánica.
- 15 En algunas realizaciones del producto bituminoso, éste es un fieltro para tejados.
- En algunas realizaciones, la capa orgánica es bitumen. De este modo, la deposición del bitumen sobre la lámina tiene como resultado una lámina impregnada con bitumen.
- El fieltro para tejado, papel de fieltro o papel de fieltro de asfalto es un material de lámina impregnado con bitumen o asfalto, similar al papel de alquitrán, usado en la construcción de edificios.
- 20 El fieltro para tejados, también conocido como papel de alquitrán, es el material de base usado para la producción de tejas y lámina asfáltica para tejados.
- La capa inorgánica comprende granulados minerales.
- Los granulados minerales o gránulos proporcionan una protección de larga duración y resistente a la intemperie del fieltro para tejados. Los granulados minerales pueden estar pigmentados.
- 25 Las nanopartículas de óxido de titanio fotocatalítico son partículas ubicadas sobre al menos una parte de una superficie externa de los granulados minerales.
- Los granulados minerales son partículas que tienen un núcleo mineral y una superficie externa en contacto con la atmósfera. Cuando se depositan sobre los granulados minerales, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico, de este modo, se depositan sobre la superficie externa de los granulados minerales.
- 30 En algunas realizaciones adicionales, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico son partículas que rodean la superficie externa de los granulados minerales.
- Circundar se define como rodear o ubicar alrededor de todo el área superficial externa de los granulados minerales.
- En algunas realizaciones adicionales, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico son partículas que rodean una superficie externa libre de los granulados minerales.
- 35 La superficie externa libre es la superficie de los granulados que no está en contacto con, es decir que no mira a, la capa orgánica.
- De este modo, rodear una superficie externa libre significa que las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico están ubicadas únicamente sobre y alrededor de la superficie externa libre.
- En algunas realizaciones adicionales, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico son partículas discretas.
- 40 Discreto, se define como no incluido en una capa matriz continua que comprende otros materiales. De este modo, nanopartículas discretas pueden ser partículas que se separan unas de otras. Nanopartículas discretas también pueden ser nanopartículas conectadas unas a otras formando una red porosa de nanopartículas que no están incluidas dentro de una capa de matriz.
- La capa de matriz puede ser una capa que comprende aglutinantes u otros materiales.
- 45 En algunas otras realizaciones, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico están químicamente unidas a los granulados minerales. Por ejemplo, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico pueden estar químicamente unidas a los granulados minerales a través de un enlace de oxígeno.

En algunas otras realizaciones, la capa inorgánica es una capa de barrera continua.

La capa de barrera continua puede ser una capa de material inorgánico que cubra toda la superficie externa o accesible de la lámina impregnada con la capa orgánica.

5 La capa de barrera puede ser una capa continua, es decir, no estar formada por elementos aislados o desconectados, pero que no está interrumpida.

La capa de barrera o capa protectora permite que las partículas de dióxido de titanio fotocatalítico permanezcan sobre la superficie externa de la capa, una vez depositada y evita el hundimiento o la penetración de las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico en el interior de la capa orgánica.

10 En algunas realizaciones, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico están en una cantidad de 10 g/m<sup>2</sup> o menos, tal como 5 g/m<sup>2</sup> o menos, preferentemente 3 g/m<sup>2</sup> o menos, más preferentemente 2 g/m<sup>2</sup> o menos, lo más preferentemente 1 g/m<sup>2</sup> o menos.

En algunas realizaciones, la dispersión de nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico aplicada a la capa inorgánica es menor que 200 ml/m<sup>2</sup>, tal como 150 ml/m<sup>2</sup>, por ejemplo, menor que 100 ml/m<sup>2</sup>. En algunas realizaciones, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico aplicadas a la capa inorgánica son de 50 ml/m<sup>2</sup>.

15 De este modo, la dispersión se aplica a la capa inorgánica en una cantidad menor que 200 ml/m<sup>2</sup>, tal como 150 ml/m<sup>2</sup>, por ejemplo, menos de 100 ml/m<sup>2</sup>.

20 Debido a que las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico se distribuyen sobre la superficie externa a través del método de la invención, una baja cantidad de nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico resulta suficiente para obtener el efecto fotocatalítico deseado. De este modo, la elevada actividad frente a la degradación de NO<sub>x</sub> o la reducción de algas se puede lograr a través del uso de bajas cantidades de nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico.

Por ejemplo, un producto que comprende una baja cantidad de dióxido de titanio por m<sup>2</sup>, tal como menos de 10 gramos por m<sup>2</sup>, por ejemplo 3-4 gramos por m<sup>2</sup>, proporciona una degradación de NO<sub>x</sub> mayor que un 5%, por ejemplo, hasta un 15%.

25 De este modo, el producto bituminoso de la invención puede tener una actividad frente a la degradación de NO<sub>x</sub> mayor que un 2,5%, tal como un 5,0% o un 7,5%, un 10% o un 15% (ISO 22197-1). El producto bituminoso puede tener una elevada actividad frente a la reducción de algas tras varios años y eliminación de suciedad procedente de las manchas de bitumen por exposición a la intemperie.

30 En algunas otras realizaciones, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico tienen un tamaño principal menor que 50 nm, preferentemente menor que 30 nm, más preferentemente menor que 20 nm.

Mediante el uso de partículas de dióxido de titanio de tamaño nanométrico, la impresión visual del producto permanece esencialmente igual. En una realización, las partículas de dióxido de titanio fotocatalítico pueden tener un tamaño principal menor que 100 nm.

35 El tamaño principal de partícula, también denominado tamaño cristalino se define como el tamaño de partícula de las partículas de la dispersión cuando éstas no se encuentran aglomeradas. El tamaño de partícula principal puede estar dentro del área de 30 nm ± 10 nm.

En algunas realizaciones, las partículas de dióxido de titanio fotocatalítico pueden tener un tamaño principal dentro del intervalo entre 5 y 250 nm, preferentemente entre 5 y 100 nm, más preferentemente entre 5 y 50 nm, lo más preferentemente entre 5 y 30 nm.

40 En algunas otras realizaciones, las partículas de dióxido de titanio pueden tener un tamaño de conglomerado menor que 300 nm, menor que 200 nm, menor que 100 nm, tal como menor que 80 nm, preferentemente un tamaño de conglomerado menor que 60 nm, tal como menor que 40 nm, e incluso más preferentemente un conglomerado menor que 30 nm, tal como menor que 20 nm.

En algunas otras realizaciones, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico están en fase de anatasa.

45 Por ejemplo, al menos un 80% de las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico depositadas sobre y, de este modo integradas en, el producto bituminoso está en fase cristalina de anatasa.

En algunas realizaciones, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico depositadas sobre y, de este modo integradas en, el producto bituminoso, están en un 100% en fase de anatasa.

50 En algunas realizaciones adicionales, las nanopartículas de dióxido de titanio pueden estar en fase de anatasa dopada con otros elementos químicos. Por ejemplo, pueden estar dopada con carbono. La anatasa dopada tiene la ventaja de aumentar el espectro de luz que se puede usar para las reacciones fotocatalíticas. Por ejemplo, mediante

dopaje con carbono de la anatasa, se puede usar luz en la región visible para activar la reacción fotocatalítica sobre el dióxido de titanio y, de este modo, sobre el producto que comprende el dióxido de titanio dopado.

5 El uso de anatasa dopada, en particular de anatasa dopada con carbono, puede tener también la ventaja de reducir eficazmente la proliferación de algas a medida que éstas aparecen en una ubicación con luz limitada/difusa, es decir, una ubicación en la que el componente UV de la luz se encuentra bastante limitado.

### Breve descripción de las figuras

10 Ahora se describe con más detalle el método de producción del producto bituminoso según la invención con respecto a las figuras adjuntas. Las figuras muestran un modo de implementar la presente invención y no se debe interpretar como limitante con respecto a otras realizaciones que se encuentren dentro del alcance del conjunto de reivindicaciones adjuntas.

Las Figuras 1A y 1B muestran un dibujo esquemático del producto bituminoso.

La Figura 2 es un diagrama de flujo de un método de producción de producto bituminoso según algunas realizaciones de la invención.

15 La Figura 3 es un dibujo esquemático de las etapas del método de producción de producto bituminoso, según algunas realizaciones de la invención.

La Figura 4 es un dibujo esquemático de las etapas del método de producción de granulados minerales fotocatalíticos, según algunas realizaciones de la invención.

La Figura 5 es un gráfico que muestra la actividad frente a la degradación de NOx en función del tiempo para un producto bituminoso.

### 20 Descripción detallada de una realización

Las Figuras 1A y 1B muestran un dibujo esquemático del producto bituminoso.

La Figura 1A muestra un producto bituminoso 19 que comprende: una lámina de fibra 10, una capa de bitumen 12 depositada sobre la lámina de fibra 10 y una capa continua inorgánica, por ejemplo, una capa de silicato 13 depositada sobre la capa de bitumen. La capa 13 comprende nanopartícula 11 de dióxido de titanio fotocatalítico.

25 La Figura 1B muestra un producto bituminoso 18 que comprende: una lámina de fibra 14, una capa de bitumen 15 depositada sobre la lámina de fibra 14 y una capa inorgánica que comprende granulados minerales 16 depositados sobre la capa de bitumen 15. Las nanopartículas 17 de dióxido de titanio fotocatalítico se depositan y, de este modo, se encuentran ubicadas sobre los granulados minerales 16.

30 La Figura 2 es un diagrama de flujo de un método de producción de producto bituminoso según algunas realizaciones de la invención.

El método de producción de producto bituminoso fotocatalítico comprende:

- S1 impregnación de una lámina con una capa orgánica;
  - S2 rociado de la capa orgánica con granulados minerales;
  - S3 revestimiento de la lámina impregnada por medio de deposición de nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre la lámina impregnada, depositando de este modo las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre los granulados minerales rociados.
- 35

La Figura 3 es un dibujo esquemático de las etapas del método de producción de producto bituminoso.

40 El dibujo esquemático de la figura 3 muestra una lámina de fibra de la etapa 1 (por ejemplo, rociado de fibra de vidrio) que está revestida, y de este modo impregnada, con un bitumen o asfalto durante la etapa 2. Esta etapa se puede repetir varias veces para lograr una impregnación de bitumen óptima. Posteriormente, los gránulos minerales se rocían sobre la superficie de bitumen húmeda que está a alrededor de 100 grados Celsius en la etapa 3. Se pretende que los gránulos minerales protejan la lámina de fibra frente al mal tiempo y la degradación de luz. Los gránulos minerales pueden estar coloreados por motivos estéticos.

45 Los gránulos se rocían sobre la lámina de fibra impregnada en la etapa 3, es decir, antes del enfriamiento de la etapa 5.

El enfriamiento se puede lograr por medio de rodillos verticales.

Las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico se depositan tras la deposición de los gránulos y antes de la etapa de enrollado 6. Por ejemplo, las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico se pueden lograr por medio

de pulverización de una dispersión acuosa de dióxido de titanio durante la etapa 4 antes de la etapa de enfriamiento 5.

La deposición o revestimiento por medio de nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico se puede llevar a cabo ventajosamente con boquillas de pulverización hidráulicas.

- 5 La ventaja del presente método es que la mayoría, si no la totalidad, de las nanopartículas de dióxido de titanio pulverizadas sobre los gránulos, se encuentra disponible para las reacciones fotocatalíticas, es decir, las nanopartículas tienen al menos una superficie disponible para las reacciones fotocatalíticas con el entorno próximo.

10 Otros métodos de revestimiento de los gránulos con partículas de dióxido de titanio presentan la desventaja de que un número grande de nanopartículas depositadas no tiene superficies disponibles para las reacciones fotocatalíticas. Por ejemplo, las nanopartículas pueden estar incluidas por completo en una matriz.

De este modo, el presente método de revestimiento permite un elevado rendimiento en términos de degradación de NOx, prevención o reducción de la formación de algas y auto-limpieza con una cantidad limitada de dióxido de titanio por m<sup>2</sup>.

15 Por ejemplo, con una cantidad baja de dióxido de titanio por m<sup>2</sup>, tal como menos de 10 gramos por m<sup>2</sup>, por ejemplo, 3-4 gramos por m<sup>2</sup>, proporciona una degradación de NOx mayor que un 5%, por ejemplo, hasta un 15%.

La actividad frente a la degradación de NOx también se puede ver mejorada por medio de pulverización de una gran cantidad de líquido con un bajo contenido de dióxido sobre la lámina impregnada para aumentar la concentración de dióxido de titanio en el producto.

Se pueden añadir aditivos adicionales para mejorar la formación de película y la estabilidad a la intemperie.

- 20 En algunas realizaciones, los granulados minerales se pueden funcionalizar de manera previa como se muestra en el diagrama esquemático de la figura 4.

Antes del rociado como se muestra en la etapa 3 de la figura 3, los granulados minerales se pueden producir según la figura 4.

25 Los granulados minerales de base pueden estar revestidos con un pigmento, que produce variación cromática del color granulado mineral de base. Los granulados minerales pigmentados se pueden revestir con nanopartículas de dióxido de titanio ya sea cuando están todavía húmedos a partir del revestimiento de los pigmentos, es decir, en la etapa TC1, o después de la etapa de secado en TC2.

En algunas realizaciones, TC1 y TC2 también se pueden aplicar para aumentar la concentración de dióxido de titanio.

- 30 Los granulados se secan a continuación finalmente y, de este modo, se protegen fácilmente frente al rociado sobre la capa orgánica.

35 El presente método presenta la ventaja de que las nanopartículas de titanio no se somborean por medio de las partículas de pigmento u otras partículas de aglutinante. Esto significa que una mayor cantidad de nanopartículas presenta superficies o sitios activos. El método permite la fabricación de un producto bituminoso que tiene elevada actividad frente a la degradación de NOx, a pesar de la baja concentración de nanopartículas fotocatalíticas.

#### Ejemplo 1

40 Se usaron fieltros para tejado de bitumen para someter a ensayo el rendimiento fotocatalítico de fieltros para tejado de bitumen con aplicación de pulverización. Se aplicaron diferentes cantidades, 50-100 g/m<sup>2</sup>, de dispersión fotocatalítica (PD) sobre cada muestra de fieltro de bitumen con un sistema hidráulico de boquilla. La dispersión fotocatalítica fue una dispersión de silicato-TiO<sub>2</sub> de base acuosa estabilizada a pH 10-11 con una amina. Se usaron dos concentraciones diferentes de TiO<sub>2</sub> (1x, es decir, una dispersión que comprende un 1,25% de nanopartículas de dióxido de titanio y 2x, es decir, una dispersión que comprende un 2,5% de nanopartículas de dióxido de titanio). El tamaño promedio de partícula de las dispersiones (medido en volumen con Nanotrak NPA 252) fue de 27 nm. Menos de un 10% en peso del disolvente fue isopropanol y la densidad fue de 1,04 g/ml. Se añadieron 0,3 ml de agente humectante a PD por litro de PD. Se pulverizaron los cinco fieltros para tejado de bitumen y se dejaron secar a temperatura ambiente durante 24 horas. Transcurridas 24 horas, se cortaron los fieltros para tejado fotocatalíticos en trozos de 5x10 cm<sup>2</sup> y se analizaron según ISO 22197-1.

50 Procedimiento de ensayo ISO 22197-1: Se sometió a ensayo el rendimiento de degradación de NOx de la muestra según ISO 22197-1. La concentración inicial de NO fue de 1,0 ppm y el flujo de gas de NO sobre la muestra fue de 3 l/minuto. Las concentraciones de NO, NO<sub>2</sub> y NO<sub>x</sub> se analizaron con un analizador Horiba APNA NOx modelo 370. Se adquirió la célula de ensayo en un instituto acreditado. La intensidad de luz fue de 1,0 mW/cm<sup>2</sup> UVA medida con un detector PMA 2110 UVA y se mantuvo la humedad relativa constante en 45% ± 5%. Los tamaños de muestra durante el ensayo fueron de 49 x 99 mm<sup>2</sup>.

Se prepararon cuatro muestras diferentes: A – 50 g/m<sup>2</sup> de PD y 1xTiO<sub>2</sub>; B – 100 g/m<sup>2</sup> de PD y 1xTiO<sub>2</sub>; C – 50 g/m<sup>2</sup> de PD y 2xTiO<sub>2</sub>; D – 100 g/m<sup>2</sup> de PD y 2xTiO<sub>2</sub>.

Tabla 1: Resultados de degradación de NO tras ISO 22197-1.

	Filtro para Tejados 4x10 cm <sup>2</sup>	Visual
Muestra A: % de degradación de NO tras 24 horas de secado a temperatura ambiente	7,6%	+++
Muestra B: % de degradación de NO tras 24 horas de secado a temperatura ambiente	15,4%	+++
Muestra C: % de degradación de NO tras 24 horas de secado a temperatura ambiente	22,6%	++
Muestra D: % de degradación de NO tras 24 horas de secado a temperatura ambiente	34,5%	+

5 Los datos de la Tabla 1 muestran que aumentando la carga de TiO<sub>2</sub> por m<sup>2</sup> de filtro para tejado, la actividad aumenta de forma casi lineal. No obstante, por medio de inspección visual B tiene un mejor aspecto visual que la muestra C, incluso aunque la cantidad total de TiO<sub>2</sub> sea la misma por m<sup>2</sup>. Esto resulta incluso más pronunciado cuando se produce la exposición a la intemperie.

Ejemplo 2

10 Se usaron cinco filtros comerciales para tejado de bitumen para someter a ensayo el rendimiento fotocatalítico de filtros para tejado de bitumen con aplicación de pulverización. Se aplicaron 100 g/m<sup>2</sup> de dispersión fotocatalítica (PD) sobre cada filtro de tejado de bitumen con un sistema hidráulico de boquilla. La dispersión fotocatalítica fue una dispersión de silicato-TiO<sub>2</sub> de base acuosa al 7% en peso estabilizada a pH 10-11 con una amina. El tamaño promedio de partícula de las dispersiones (medido en volumen con Nanotrak NPA 252) fue de 27 nm. Menos de un 10% en peso del disolvente fue isopropanol y la densidad fue de 1,04 g/ml. Se añadieron 0,3 ml de agente humectante a PD por litro de PD. Se pulverizaron los cinco filtros para tejado de bitumen y se dejaron secar a temperatura ambiente durante 24 horas. Trascorridas 24 horas, se cortaron los filtros para tejado fotocatalíticos en trozos de 5 x 10 cm<sup>2</sup> y se analizaron según ISO 22197-1.

Tabla 2: Resultados de degradación de NO tras ISO 22197-1.

	Filtro para Tejados 4x10 cm <sup>2</sup>
Muestra 1: % de degradación de NO tras 24 horas de secado a temperatura ambiente	2,4%
Muestra 2: % de degradación de NO tras 24 horas de secado a temperatura ambiente	4,0%
Muestra 3: % de degradación de NO tras 24 horas de secado a temperatura ambiente	8,4%
Muestra 4: % de degradación de NO tras 24 horas de secado a temperatura ambiente	8,2%
Muestra 5: % de degradación de NO tras 24 horas de secado a temperatura ambiente	3,1%

Ejemplo 3:

20 Tras analizar las propiedades de degradación de NO<sub>x</sub>, se introdujeron las muestras en una cámara de desgaste acelerado a la intemperie (QUV-Spray) según EN 1297:2004.

25 Procedimiento de Ensayo EN 1297:2004. El procedimiento de ensayo de desgaste a la intemperie EN 1297:2004 consiste en ciclo seco seguido de un ciclo de pulverización en húmedo. El ciclo seco es de 300 minutos de 45 W/cm<sup>2</sup> ± 5 W/cm<sup>2</sup> UVA (340 nm) y una temperatura de cámara de 60°C (BST). El ciclo de pulverización en húmedo es de 60 minutos de pulverización de agua desionizada (conductividad máxima de 500 µS/m) con un caudal de 10 ± 3 l/minuto/m<sup>2</sup> con una temperatura inicial de agua de 25 ± 5°C. El ensayo se continúa repitiendo la etapa 4 y 5 durante un número de horas predeterminado. Se estima que 300 horas en EN1297:2004 equivale a exposiciones al aire libre de 1 año, confirmadas por comparación de los datos de EN1297:2004 con datos de la vida real.

Tabla 3: Resultados de degradación de NO tras ISO 22197-1.

	Filtro para Tejados 4x10 cm <sup>2</sup>
Muestra 1: % de degradación de NO tras 300 horas EN1297:2004	10,8%
Muestra 2: % de degradación de NO tras 300 horas EN1297:2004	8,4%
Muestra 3: % de degradación de NO tras 300 horas EN1297:2004	14,8%*
Muestra 4: % de degradación de NO tras 300 horas EN1297:2004	Envejecimiento natural – Ej. 4
Muestra 5: % de degradación de NO tras 300 horas EN1297:2004	9,5%

\* 170 horas en EN1297:2004

Ejemplo 4:

5 Se usó la Muestra 4 del Ejemplo 2 para los ensayos de desgaste a la intemperie natural. Inicialmente, se midió la propiedad de degradación de NOx de una muestra 5 x 10 cm<sup>2</sup>, véase Ejemplo 2, y a continuación se ubicó en el exterior con un ángulo de 10 grados. A determinados intervalos de tiempo, se examinó la muestra tras ISO 22197-1 y posteriormente se colocó en el exterior para la obtención de datos adicionales de desgaste a la intemperie. Los datos se muestran en la Figura 5.

10 Aunque se ha descrito la presente invención en relación con las realizaciones especificadas, no se debería interpretar en ningún caso como limitada a los ejemplos presentados. El alcance de la presente invención se explica por medio del conjunto de reivindicaciones adjuntas. En el contexto de las reivindicaciones, los términos "comprender" o "comprende" no excluyen otros elementos o etapas posibles. Además, la mención de referencias tales como "un", "una", etc., no debería interpretarse como excluyente de la pluralidad. El uso de los signos de referencia en las reivindicaciones con respecto a los elementos indicados en las figuras no debería interpretarse como limitante del alcance de la invención.

15

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Un método de producción de un producto bituminoso fotocatalítico, comprendiendo dicho método:
- impregnar una lámina con una capa orgánica;
  - revestir dicha capa orgánica con una capa inorgánica,
- 5 en el que dicho revestimiento comprende
- rociar dicha capa orgánica con granulados minerales, y posteriormente
  - revestir de forma adicional dicha capa orgánica con granulados minerales por medio de deposición de nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre dicha capa orgánica con granulados minerales, depositando de este modo las nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalítico sobre los granulados minerales rociados.
- 10 2.- Un método de producción de un producto bituminoso fotocatalítico según la reivindicación 1, en el que dicha deposición comprende pulverizar una dispersión que comprende nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalíticas sobre dicha capa orgánica con granulados minerales.
- 3.- Un método de producción de un producto bituminoso fotocatalítico según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo dicho método además:
- 15 - enfriar dicha lámina;
- enrollar dicha lámina.
4. Un método de producción de un producto bituminoso fotocatalítico según cualquiera de las reivindicaciones 2-3, en el que dicha dispersión es una dispersión acuosa.
- 5.- Un método de producción de un producto bituminoso fotocatalítico según cualquiera de las reivindicaciones 2-4, en el que dicha dispersión comprende:
- 20 - un disolvente, preferentemente agua;
- uno o más co-disolventes, preferentemente alcohol, tal como isopropanol hasta el 15% en peso, más preferentemente hasta el 10% en peso;
  - nanopartículas de dióxido de titanio fotocatalíticas en el intervalo entre el 15% en peso y el 2,5% en peso, tal como
- 25 el 10% en peso o el 5% en peso; y
- medios para mantener la dispersión estable, tal como un agente de dispersión.
- 6.- Un método de producción de un producto bituminoso fotocatalítico según cualquiera de las reivindicaciones 2-5, en el que dicha dispersión se aplica a la capa inorgánica en una cantidad de menos de 200 ml/m<sup>2</sup>, tal como 150 ml/m<sup>2</sup>, por ejemplo, menos de 100 ml/m<sup>2</sup>.
- 30

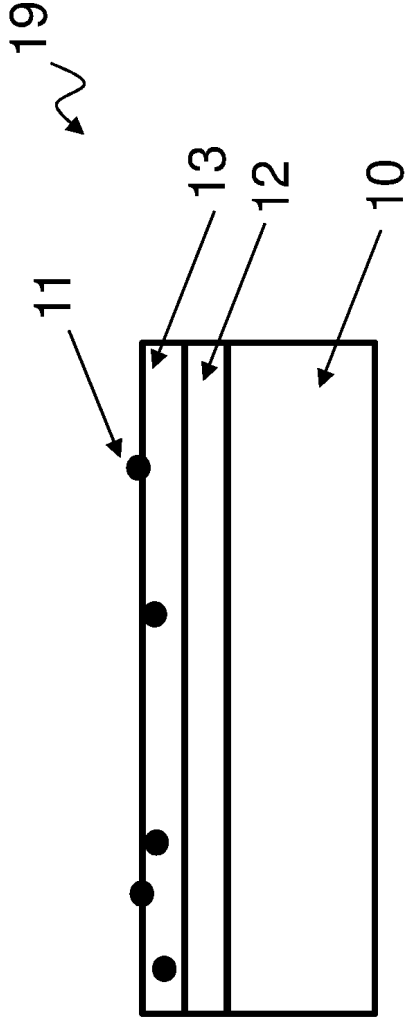


FIG. 1A

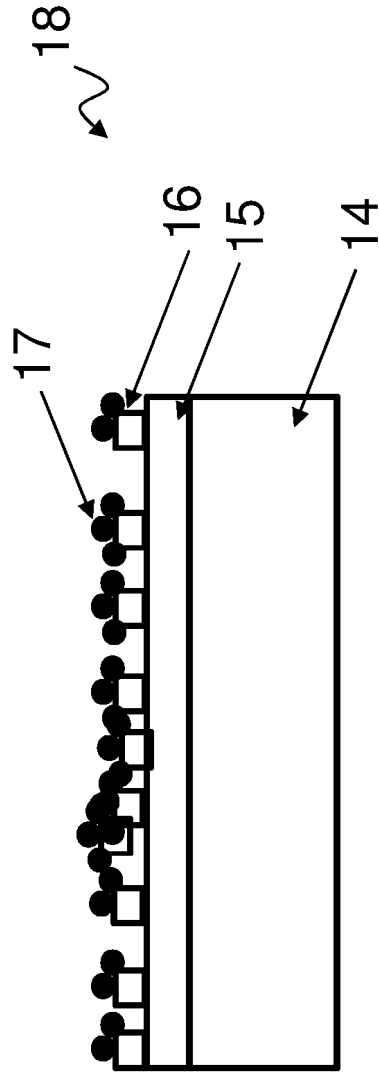


FIG. 1B

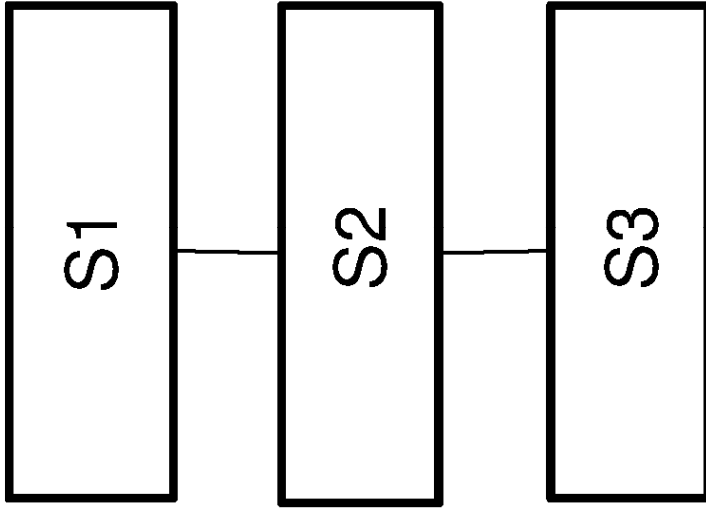


FIG. 2

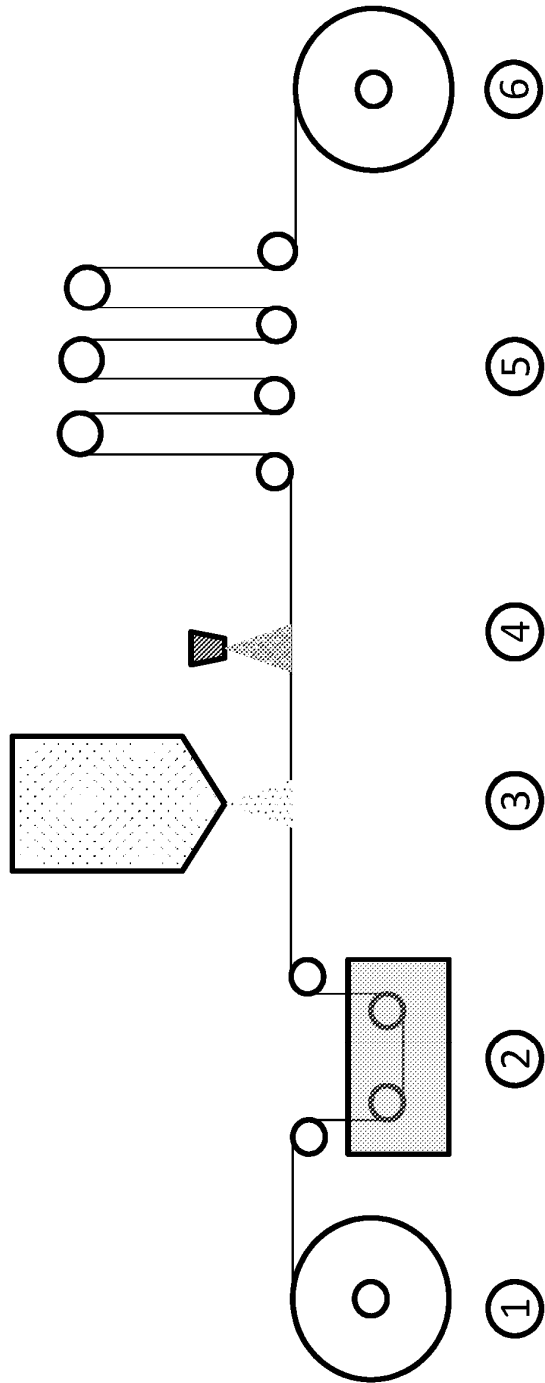


FIG. 3

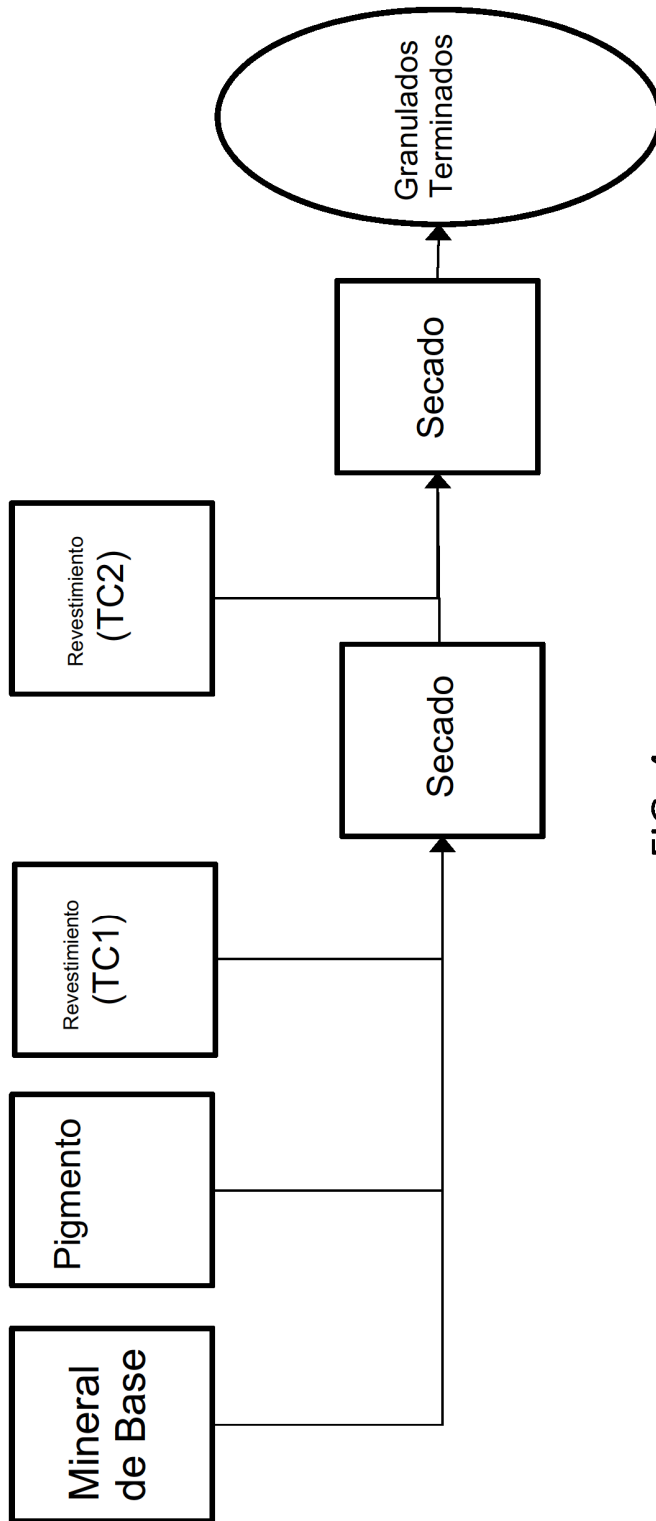


FIG. 4

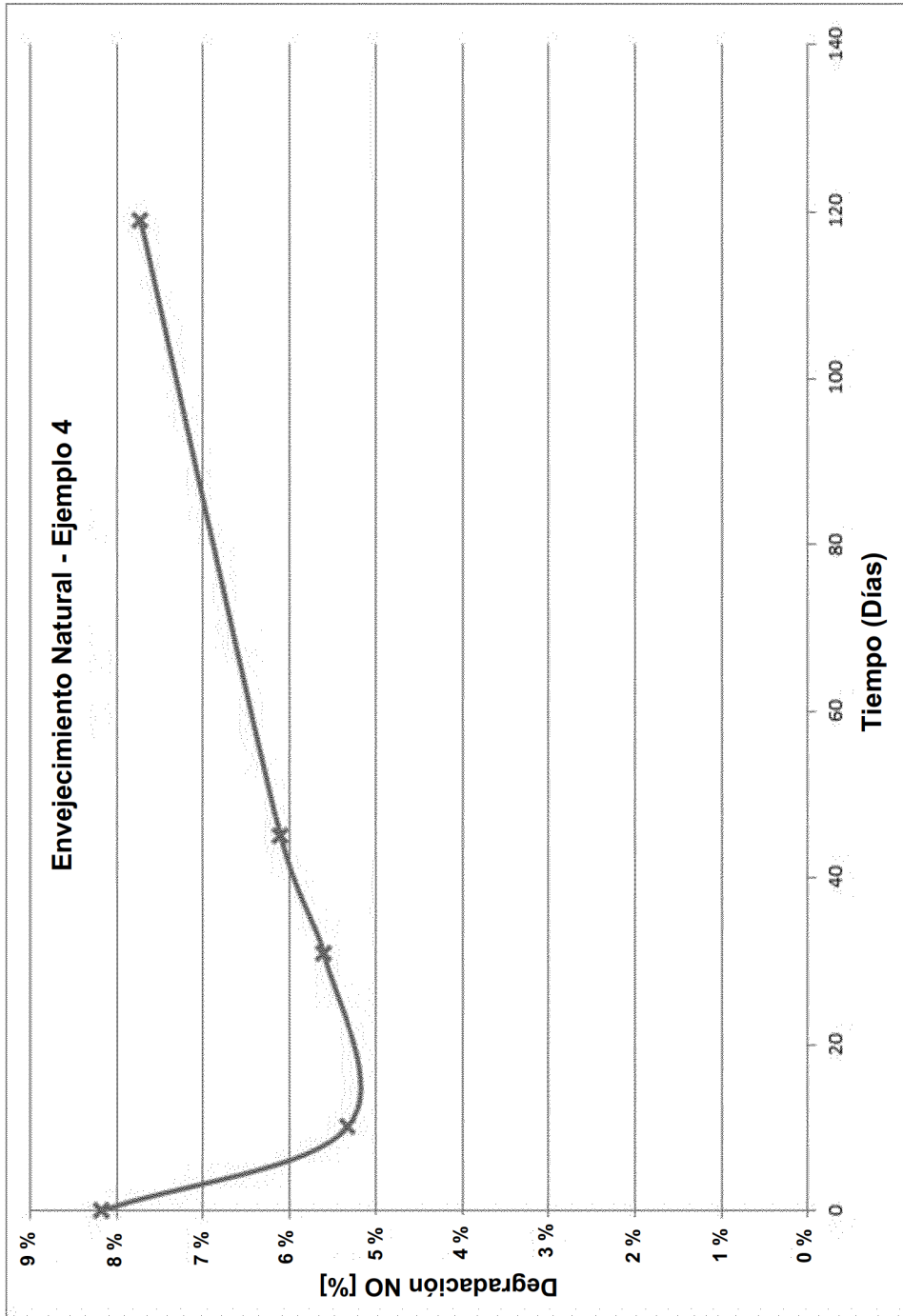


FIG. 5