



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 33577 B1**
- (51) Cl. internationale : **C09D 183/04; C09D 7/12;
C09D 5/00; B01D 53/56;
B01D 53/86**
- (43) Date de publication : **01.09.2012**
-
- (21) N° Dépôt : **34679**
- (22) Date de Dépôt : **12.03.2012**
- (30) Données de Priorité : **18.09.2009 US 12/562,500**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/US2010/048865 15.09.2010**
- (71) Demandeur(s) : **MILLENNIUM INORGANIC CHEMICALS INC., 20 Wight Avenue, Suite 100 Hunt Valley MD 21030 (US)**
- (72) Inventeur(s) : **GOODWIN, Graham ; STRATTON, John, L. ; MCINTYRE, Robert**
- (74) Mandataire : **SABA & CO**
-
- (54) Titre : **COMPOSITION DESTINÉE À ÊTRE UTILISÉE COMME REVÊTEMENT TRANSLUCIDE D'ÉLIMINATION DES NOX**
- (57) Abrégé : L'INVENTION PORTE SUR UNE COMPOSITION AMÉLIORÉE CAPABLE DE FORMER UN REVÊTEMENT TRANSLUCIDE SUR UNE SURFACE DE MATÉRIAU DE CONSTRUCTION, COMPRENANT AU MOINS : A) DES PARTICULES PHOTOCATALYTIQUES DE DIOXYDE DE TITANE AYANT AU MOINS UNE ACTIVITÉ DE-NOX ; B) UNE MATIÈRE À BASE DE SILICIUM DANS LAQUELLE LESDITES PARTICULES SONT DISPERSÉES, LADITE MATIÈRE À BASE DE SILICIUM COMPRENANT AU MOINS UN POLYSILOXANE ; ET C) DES PARTICULES AYANT UNE ACTIVITÉ DE-NHO3 CHOISIES PARMIS LE CARBONATE DE CALCIUM, LE CARBONATE DE MAGNÉSIUM ET LEURS MÉLANGES.

ABREGE

L'invention porte sur une composition améliorée capable de former un revêtement translucide sur une surface de matériau de construction, comprenant au moins : a) des particules photocatalytiques de dioxyde de titane ayant au moins une activité de-NO_x ; b) une matière à base de silicium dans laquelle lesdites particules sont dispersées, ladite matière à base de silicium comprenant au moins un polysiloxane ; et c) des particules ayant une activité de-NH₃ choisies parmi le carbonate de calcium, le carbonate de magnésium et leurs mélanges.

(DOUZE PAGES)

MILLENNIUM INORGANIC CHEMICALS INC
P. P. SABA & CO., Casablanca



03 SEPT 2012

**COMPOSITION DESTINEE A ETRE UTILISEE COMME REVETEMENT
TRANSLUCIDE D'ELIMINATION DES NO_x**

33577

CONTEXTE DE L'INVENTION

5 [0001] La présente invention concerne des compositions affichant des propriétés photocatalytiques d'auto-nettoyage qui sont destinées à être utilisées comme revêtements translucides sur des surfaces de matériaux de construction et, en particulier, la présente invention concerne de telles compositions améliorées ayant une activité de-HNO₃ élevée.

10 [0002] Dans le domaine des bâtiments et des revêtements, la pollution de l'environnement pose un problème important de contamination des matériaux extérieurs pour bâtiments et bâtiments d'extérieur. La poussière et les particules flottant dans l'air se déposent par beau temps sur le toit et le mur extérieur des bâtiments. Quand exposés aux pluies, les dépôts s'écoulent avec l'eau des pluies le long du mur extérieur au bas du bâtiment. Par conséquent, les contaminants adhèrent au parcours de la pluie. Au fur et à mesure que la surface sèche, le sol présente un motif à rayures.

15 [0003] Pour résoudre au moins en partie ce problème, on a déjà proposé de déposer un revêtement sur les surfaces des matériaux de construction. Alternativement, ledit revêtement affiche aussi des propriétés photocatalytiques d'auto-nettoyage qui contrent les contaminants atmosphériques. Des revêtements photocatalytiques à base d'oxyde de titane sont ainsi révélés dans l'EP 0901991, le WO 97/07069, le WO 97/10186 et le WO
20 98/41480.

[0004] Le rayonnement ultraviolet (par exemple, provenant d'une lumière UV) dirigé contre un semi-conducteur, tel l'oxyde de titane, produit des électrons exerçant une forte action réductrice et des trous positifs exerçant une puissante activité d'oxydation pouvant finalement initier la dégradation des composés organiques nocifs en substances
25 inoffensives. A titre d'exemple, les contaminants atmosphériques typiques sont les oxydes d'azote, l'ozone et les polluants organiques adsorbés sur la surface revêtue des matériaux. Ceci est particulièrement avantageux dans les zones urbaines, par exemple les rues des villes, où la concentration de contaminants organiques serait relativement élevée, notamment sous une lumière solaire intense, mais où la surface disponible des matériaux
30 est aussi relativement grande.

[0005] Toutefois, un problème associé aux espèces oxydées ainsi formées, telles le HNO₃, résultant de la réaction du NO₂ et du NO avec le TiO₂/lumière UV en présence de l'eau et de l'oxygène, est leur absorption sur la surface revêtue du matériau qui cause ainsi avec le temps des problèmes relatifs aux taches rebelles et/ou à la corrosion.

35 [0006] De là, on a toujours besoin d'une composition de revêtement affichant des améliorations significatives en termes des propriétés de décontamination, antitaches et de durabilité exceptionnelle par comparaison aux revêtements antérieurs.

[0007] Les inventeurs ont découvert avec surprise qu'un tel objectif pourrait être aisément atteint grâce à une composition spécifique qui est destinée à être utilisée comme un
40 revêtement.

[0008] De là, un objectif de la présente invention concerne une composition qui, quand appliquée comme un revêtement sur une surface d'un matériau, affiche des propriétés améliorées d'élimination du NO₂ et facultativement du VOC (c'est-à-dire le contenu organique volatil, comme le xylène et le benzène).

[0009] Un autre objectif de la présente invention concerne une composition qui confère de telles propriétés sans sacrifier la translucidité du revêtement.

[0010] Un autre objectif aussi de la présente invention concerne une composition qui, quand appliquée comme un revêtement sur la surface d'un matériau, peut aisément en libérer les contaminants, en particulier par la pluie ou en lavant avec de l'eau. En particulier, quand appliquée sur la surface d'un substrat pour former un film mince, la composition permet de rincer aisément avec de l'eau un contaminant ou un dérivé de celui-ci adhérent à la surface.

RESUME DE L'INVENTION

10 [0011] D'après un aspect, la présente invention concerne une composition d'élimination du NO_x qui est destinée à être utilisée comme revêtement translucide sur les surfaces de matériaux de construction et comprenant au moins :

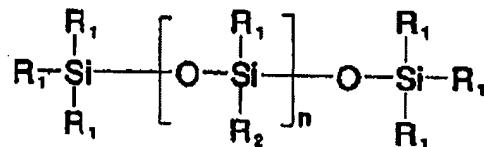
- a) des particules photocatalytiques de dioxyde de titane ayant au moins une activité de-NO_x,
- 15 b) des particules ayant une activité de-HNO₃, et
- c) une matière à base de silicium dans laquelle sont dispersées lesdites particules, où lesdites particules photocatalytiques ont une taille cristalline variant de 1 nm à 50 nm et les particules a) et b) sont présentes en une quantité inférieure à 20% en poids du poids total de ladite composition.

20 [0012] D'après un autre aspect, la présente invention concerne un procédé qui sert à conférer des propriétés d'auto-nettoyage des contaminants atmosphériques à la surface d'un matériau, ledit procédé comprenant au moins les étapes qui consistent à :

- appliquer une composition conformément à l'invention sur la surface d'un matériau et
- 25 sécher ou durcir ladite composition pour produire un système de revêtement translucide.

[0013] D'après un autre aspect aussi, la présente invention concerne une composition améliorée capable de former un revêtement translucide sur la surface d'un matériau de construction, comprenant au moins :

- 30 a) des particules photocatalytiques de dioxyde de titane ayant au moins une activité de-NO_x et comprenant essentiellement au moins 50% en masse d'une forme cristalline anatase, lesdites particules ayant une taille moyenne variant de 1 nm à 150 nm et une surface spécifique par gramme d'au moins 30 m²/g, et
- b) une matière à base de silicium dans laquelle lesdites particules a) sont dispersées,
- 35 où ladite matière à base de silicium comprend au moins un dérivé de polysiloxane de formule



où

R₁ et R₂ sont des radicaux alkyles ayant 1 à 20 atomes de carbone ou phényle, et l'amélioration consiste à incorporer dans ladite composition des particules c) ayant une activité de-HNO₃ sélectionnées parmi le carbonate de calcium, le carbonate de magnésium

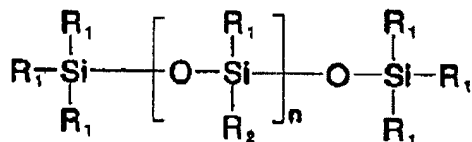


et des mélanges des deux où (i) les particules de a) et c) sont présentes en une quantité inférieure à 20% en poids du poids total de ladite composition ; (ii) le rapport des particules c) ayant une activité de-HNO₃ aux particules photocatalytiques a) est compris dans la plage de 0.05 : 2 à 0.2 : 0.8, et (iii) les particules ayant une activité de-HNO₃ ainsi que les particules photocatalytiques de dioxyde de titane ne sont pas en contact intime les unes avec les autres.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

[0014] La présente invention réside dans la découverte d'une composition améliorée qui est capable de former un revêtement translucide à film mince sur une surface de matériau de construction. La composition contient au moins :

- a) des particules photocatalytiques de dioxyde de titane ayant au moins une activité de-NO_x et comprenant essentiellement au moins 50% en masse d'une forme cristalline anatase, lesdites particules ayant une taille moyenne variant de 1 nm à 150 nm et une surface spécifique par gramme d'au moins 30 m²/g, et
- b) une matière à base de silicium dans laquelle lesdites particules a) sont dispersées, où ladite matière à base de silicium comprend au moins un dérivé de polysiloxane de formule



où R₁ et R₂ sont des radicaux alkyles ayant 1 à 20 atomes de carbone ou phényle. La découverte ou l'amélioration consiste à incorporer dans la composition des particules c) ayant une activité de-HNO₃ sélectionnées parmi le carbonate de calcium, le carbonate de magnésium et des mélanges des deux, à condition que les (i) particules de a) et c) soient présentes en une quantité inférieure à 20% en poids du poids total de la composition ; (ii) le rapport des particules c) ayant une activité de-HNO₃ aux particules photocatalytiques a) soit compris dans la plage de 0.05 : 2 à 0.2 : 0.8 et (iii) les particules ayant une activité de-HNO₃ ainsi que les particules photocatalytiques de dioxyde de titane ne soient pas en contact intime les unes avec les autres.

[0015] Particules photocatalytiques de dioxyde de titane :

[0016] La composition conformément à la présente invention comprend au moins des particules photocatalytiques dispersées de dioxyde de titane ayant au moins une activité de-NO_x où NO_x signifie NO et/ou NO₂. D'après un mode de réalisation spécifique, lesdites particules photocatalytiques affichent aussi une activité de-VOC.

[0017] Dans la présente description, le terme activité "de-NO_x" et/ou "de-VOC" désigne le pouvoir de transformer des espèces NO_x et/ou VOC en espèces oxydées respectives correspondantes, comme HNO₃ pour NO_x.

[0018] En particulier, dans la présente invention, le terme "particules photocatalytiques" utilisé dans la présente désigne des particules à base d'un matériau qui, quand exposé à la lumière (lumière d'excitation) ayant une énergie supérieure (c'est-à-dire une longueur d'onde plus courte) à la bande interdite entre la bande de conduction et la bande de valence



du cristal, peut causer une excitation (photo-excitation) des électrons dans la bande de valence produisant un électron à conduction et un trou de valence.

[0019] Les particules photocatalytiques de dioxyde de titane contenues dans la composition conformément à la présente invention comprennent essentiellement des formes anatase et rutile d'oxyde de titane et des mélanges de ces formes, bien que l'oxyde de titane du type anatase soit spécialement préféré à cause de son importante photoactivité.

[0020] Pour les particules de dioxyde de titane du revêtement, la nature de la particule est préférablement et principalement la forme cristalline anatase. "Principalement" signifie que le niveau d'anatase dans les particules de dioxyde de titane de la composition de revêtement est supérieur à 50% en masse. Les particules de la composition de revêtement affichent préférablement un niveau d'anatase supérieur à 80%.

[0021] Le degré de cristallisation et la nature de la phase cristalline sont mesurés par une diffraction aux rayons X.

[0022] Les particules cristallines de dioxyde de titane incorporées dans le revêtement affichent une taille moyenne allant de 1 nm à 150 nm, de préférence de 2 nm à 30 nm, de préférence davantage de 5 nm à 20 nm. Les diamètres sont mesurés par une microscopie électronique à transmission (TEM) et aussi par une XRD.

[0023] Les particules photocatalytiques préférées ont une importante surface spécifique par gramme, par exemple plus grande que 30 m²/g, de préférence plus grande que 50 m²/g et de préférence davantage plus grande qu'environ 100 m²/g comme mesuré par la technique BET.

[0024] En revanche, la surface spécifique par gramme de pigments TiO₂ conventionnels, c'est-à-dire ayant des propriétés non-photocatalytiques, est environ 1-30 m²/g. La différence dans les particules bien plus petites et les cristallites des particules photocatalytiques produit une surface spécifique bien plus importante.

[0025] Le TiO₂ photocatalytique vendu sous le nom de S5-300B par Millennium Inorganic Chemicals Ltd convient particulièrement pour la présente invention.

[0026] Les particules ayant une activité photocatalytique sont ajoutées en une quantité de 0.1 à 15, de préférence de 1 à 12, et de préférence davantage de 2 à 10, % en poids (exprimé en matière sèche) du poids total de ladite composition.

[0027] En particulier, la composition conformément à l'invention comporte au moins 5% en poids de particules photocatalytiques.

[0028] D'après un mode de réalisation spécifique, les particules photocatalytiques peuvent aussi afficher une propriété d'élimination de-VOC.

[0029] Les particules photocatalytiques de dioxyde de titane peuvent être utilisées comme un sol préparé par une dispersion dans l'eau, en forme d'une pâte contenant de l'eau ou un solvant, ou en forme d'une poudre. Les exemples préférés de dispersant utilisés pour préparer un sol comprennent l'eau, des alcools tels le méthanol, l'éthanol, l'isopropanol, le n-butanol et l'isobutanol, et des cétones comme la méthyléthylcétone et la méthylisobutylcétone.

[0030] Particules de-NHO₃ :

[0031] La composition améliorée conformément à la présente invention consiste à incorporer dans la composition une quantité de particules dispersées afin d'éliminer

l'espèce oxydée HNO₃, formée photocatalytiquement à partir de particules NO_x. Ce second type de particules est appelé aussi "particules d'élimination du HNO₃" ou "particules de-HNO₃".

[0032] Les exemples illustratifs de particules de-HNO₃ comprennent des composés de base, en particulier tout carbonate insoluble et, par exemple, le carbonate de calcium, le carbonate de zinc, le carbonate de magnésium et des mélanges de ces derniers. Le carbonate de calcium est un exemple particulièrement préféré de tels composés. Aucune limite particulière n'est imposée sur sa quantité, toutefois la quantité devrait suffire pour réaliser la transformation du HNO₃ en son sel alcalin et, en second lieu, doit être compatible avec le revêtement l'incorporant. Une quantité de 0.05 à 15, en particulier de 0.1 à 2, % en poids (exprimé en matière sèche) du poids total de ladite composition pourrait particulièrement convenir.

[0033] Le rapport de particules de-HNO₃/particules photocatalytiques peut varier de 0.05 à 2, en particulier de 0.1 à 1 et fort particulièrement de 0.2 à 0.8.

[0034] Lesdites particules, c'est-à-dire les particules de-HNO₃ et les particules photocatalytiques sont incluses dans la composition conformément à l'invention en une quantité inférieure à 20% en poids (exprimé en matière sèche), en particulier inférieure à 15% en poids, et fort particulièrement inférieure à 12% en poids du poids total de la composition.

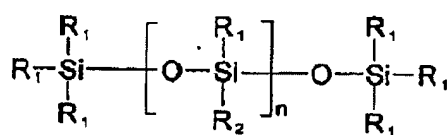
[0035] Composant à base de silicium :

[0036] La composition de la présente invention contient un composant à base de silicium dans lequel au moins les particules auparavant citées sont piégées.

[0037] En particulier, dans la présente invention, le terme "matière à base de silicium" utilisé dans la présente désigne toute matière à base de silice ou un mélange de cette dernière, qui est capable de produire un film à base de silicium adéquat pour le revêtement.

[0038] La matière à base de silicium produit avantageusement un film polymère en polysiloxane.

[0039] Conformément à un mode de réalisation, la matière à base de silicium comporte au moins un dérivé de polysiloxane ayant, en particulier, la formule (I) :



(I)

30 où

n a une valeur telle à fournir une dispersion aqueuse de polysiloxane ayant un pourcentage pondéral de solide de 40 - 70%, et

35 R₁ et R₂ sont des radicaux alkyles ayant 1 à 20 atomes de carbone ou un groupe aryle comme un phényle.

[0040] La valeur de n varie habituellement d'environ 50 à 2000.



[0041] Les radicaux R_1 et R_2 sont des groupes alkyles (par exemple, méthyle, éthyle, propyle, butyle, 2-éthylbutyle, octyle), des groupes cycloalkyles (par exemple, cyclohexyle, cyclopentyle), des groupes alcényles (par exemple, vinyle, hexényle, allyle), des groupes aryles (par exemple, phényle, tolyle, xylyle, naphthyle, diphényle), des groupes aralkyles (par exemple, benzyle, phényléthyle), tout groupe des groupes susmentionnés où certains ou l'ensemble des hydrogènes liés aux carbones ont été substitués (comme par des atomes d'halogène ou cyano), ou des groupes substitués par ou contenant, par exemple, des groupes aminés, des groupes éthers (-O-), des groupes carbonyles (-CO-), des groupes carboxyles (-COOH) ou des groupes sulfonyles (-SO₂-) (par exemple, chlorométhyle, trifluoropropyle, 2-cyanoéthyle, 3-cyanopropyle).

[0042] Les polysiloxanes vendus sous la marque de commerce WACKER BS 45 par la société WACKER-Chemie GmbH conviennent particulièrement pour la présente invention.

[0043] La teneur de la composition en polysiloxane conformément à la présente invention peut être convenablement déterminée.

[0044] La composition conformément à la présente invention peut comporter au moins un solvant.

[0045] Les exemples de solvants pouvant être utilisés dans la présente comprennent l'eau, un solvant organique et un solvant mixte composé d'eau et d'un solvant organique. L'eau et l'alcool sont des solvants particulièrement préférés.

[0046] La composition conformément à la présente invention peut contenir des composants facultatifs à condition qu'un tel ajout ne compromette pas la durée de vie, la durabilité UV, la translucidité ou les propriétés antitaches. Les exemples de tels composés additionnels comprennent des charges comme le quartz, la calcite, la chaux, le talc, la baryte et/ou le Na-Al-silicate ; des pigments tels TiO₂, le lithopone et d'autres pigments inorganiques ; des dispersants tels les polyphosphates, les polyacrylates, les phosphonates, le naphène et les lignosulfonates ; des mouillants tels les tensioactifs anioniques, cationiques, amphotères et non-ioniques ; des anti-mousses tels les émulsions de silicium ; des hydrocarbures ; des alcools à chaîne longue ; des stabilisants, comme principalement les composés cationiques ; des agents coalescents, comme les esters stables aux alcalis, les glycols ; des additifs rhéologiques tels les dérivés de cellulose (CMC, HEC), la gomme xanthane, le polyuréthane, le polyacrylate, l'amidon modifié, la bentone et d'autres silicates lamellaires ; des hydrofugeants tels les alkylsiliconates, les siloxanes, une émulsion de cire, les sels Li d'acides gras et un fongicide ou biocide conventionnel.

[0047] La composition de la présente invention peut être appliquée à la surface du matériau à revêtir par toute technique appropriée, et les exemples de techniques appropriées comprennent le revêtement par pulvérisation, le revêtement par immersion, le revêtement à flux, le revêtement par centrifugation, l'enduction au rouleau, l'enduction au pinceau et l'enduction à l'éponge.

[0048] Après son application sur la surface du substrat, la composition est séchée ou durcie pour former un mince film. Le terme "séché ou durci" utilisé dans la présente signifie que la matière à base de silicium contenue dans la composition conformément à la présente invention est convertie en film à base de silicium, et le séchage peut être effectué par séchage à l'air ou séchage thermique. Alternativement, une irradiation aux ultraviolets ou



analogue peut être effectuée pour provoquer une polymérisation dans la mesure où le précurseur est converti en film de silicium.

[0049] La composition conformément à la présente invention peut être appliquée à la surface d'une grande variété de matériaux.

- 5 [0050] Le matériau n'est pas particulièrement limité, et les exemples de celui-ci incluent des métaux, des céramiques, des plastiques, des bois, des pierres, des ciments, des bétons, des fibres, des tissus ainsi que des combinaisons et des stratifiés des matériaux susmentionnés. La composition peut être appliquée spécifiquement sur les logements, les matières des bâtiments ; l'extérieur des bâtiments ; l'intérieur des bâtiments ; les châssis ;
10 les fenêtres ; les matériaux de construction ; l'extérieur des machines et des articles ; les couvertures et les revêtements anti-poussière ; ainsi que les films, les feuilles et les scellages.

[0051] Dans l'implémentation des modes de réalisation préférés de la présente invention, on peut recourir à diverses alternatives pour faciliter les objectifs de l'invention.

- 15 [0052] Les exemples suivants sont présentés pour aider à assimiler la présente invention et ne visent nullement à limiter l'invention. Toutes les alternatives, modifications et équivalents pouvant devenir évidents aux personnes ordinaires du métier à la lecture de la présente divulgation sont couverts par la portée de l'invention.

[0053] Exemples

- 20 [0054] Des peintures sont préparées avec les matières suivantes :
TiO₂ (24% w/w) : TiO₂ S5-300B de Millennium Inorganic Chemicals silicate de sodium : soln silicate de sodium. Grade Crystal 79 d'Ineos. 386 g/l sous forme de SiO₂ dilué à 183 g/l,
U3 (21% w/w) : carbonate de calcium précipité de Solvay Grade U3 dispersé dans l'eau
25 jusqu'à obtenir une teneur en solides de 21%,
1% MR : Hydroxyéthylcellulose Natrosol MR de Hercules Incorporated 1% solution dans l'eau,
Foamaster NXZ : Anti-mousse de Cognis,
Wacker BS45 : latex de polymère polysiloxane de Wacker Chemie GmbH,
30 Texanol : 2, 2, 4 triméthyl-1,3 pentanediol monoisobutyrate de Eastman Chemical Company.

[0055] Les peintures sont préparées en deux parties appelées A et B.

[0056] Pour la partie A, le sol TiO₂ est dilué avec de l'eau auquel sont ensuite ajoutés le silicate de sodium, le carbonate de calcium puis l'hydroxyéthylcellulose et l'anti-mousse.

- 35 [0057] Les composants sont mélangés sous un cisaillement élevé.

[0058] Pour la partie B, l'eau est ajoutée au polymère polysiloxane, le pH de ce dernier est ajusté à 10.0 puis le silicate de sodium est ajouté. La partie A est ensuite mélangée avec la partie B sous un mélange à cisaillement élevé. Enfin, le Texanol est ajouté.

- 40 [0059] Les compositions des peintures ainsi préparées sont énumérées ci-dessous dans le tableau I.

Tableau I

	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7
Partie A							
TiO ₂ * (%wt)	19.7	27.0	17.70	24.30	30.10	8.80	27.40
CaCO ₃ * (%wt)	0	0	13.60	12.50	11.60	27.20	21.30
Silicate de sodium (% wt)	1	1.3	0.9	1.2	1.5	0.4	1.4
Hydroxyéthyl Cellulose (%wt)	1	1	1	1	1	1	1
Anti-mousse (%w)	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06
Eau (%wt)	9.6	7.5	6.2	4.5	3.2	5.1	1.1
Partie B							
Eau (%wt)	9.6	7.5	6.2	4.5	3.2	5.1	1.1
Silicate de sodium (%wt)	1	1.3	0.9	1.2	1.5	0.4	1.4
Polysiloxane (% wt)	24.2	20.8	19.2	16.4	14.2	17.9	11.2
Texanol (%w)	1.2	1	1.0	0.8	0.7	0.9	0.6

TiO₂* - la teneur en solides de sol était 24%w/w

CaCO₃* - la teneur en solides de sol était 21%w/w

5 Les pourcentages énoncés dans le tableau sont des pourcentages exprimés dans le produit commercial (c'est-à-dire matière sèche + solvant)

[0060] Les mesures de NO_x sont effectuées sur des films de peinture qui sont préparés en 10 cm par 1 cm sur un substrat Melinex (Mylar®).

10 [0061] Le NO_x utilisé est NO à 30 ppm. Après les mesures initiales, les films de peinture sont irradiés avec des UV 55 W/m² dans la plage de 300 à 400 nm pendant 18 heures avec une source de lumière Xénon filtrée. Pour les mesures du NO_x, les échantillons sont irradiés avec un tube fluorescent UV émettant 10 W/m² UV dans la plage de 300 à 400 nm.

[0062] L'équipement, les produits et les procédés mis en œuvre pour déterminer l'élimination du NO/NO₂ par le revêtement sont les suivants :

15

1. Equipment

Analyseur d'oxydes d'azote SIGNAL 4000

Lampe UV Model VL-6LM 365 et longueur d'onde 312 nanomètres

- ex BDH

Chambre aux échantillons étanche

Mélangeur de gaz à trois voies
 - ex Brooks Instruments, Pays Bas

2. Gaz

- NO Oxyde nitrique
- 5 NO₂ Dioxyde d'azote
- NO_x Mélange de NO et de NO₂
- Air comprimé contenant de la vapeur d'eau

3. Procédé

Le procédé de mesure est effectué comme suit :

- 10 1. Mettre l'analyseur et la pompe d'évacuation en marche. S'assurer que le tuyau d'évacuation est dirigé vers l'atmosphère.
- 2. Laisser réchauffer. Plusieurs composants internes doivent atteindre une température de fonctionnement avant que l'analyseur ne commence à fonctionner. Le processus durera habituellement 60 minutes à partir d'un démarrage à froid et le message
- 15 START-UP SEQUENCE ACTIVE (séquence de début active) sera affiché jusqu'à ce que les conditions de fonctionnement soient atteintes.
- 3. Après le réchauffement, mettre l'alimentation en air et gaz d'essai au mélangeur de gaz en marche.
- 4. Calibrer l'analyseur sur l'alimentation en gaz d'essai uniquement (régler la voie
- 20 d'air à zéro sur le mélangeur de gaz), en fonction des instructions du fabricant.
- 5. Après le calibrage, arrêter l'alimentation en gaz d'essai au mélangeur de gaz.
- 6. Placer l'échantillon d'essai dans la chambre d'essai et refermer la chambre.
- 7. Mettre l'air et le gaz d'essai en marche et ajuster chacun jusqu'à atteindre le
- 25 niveau.
- 8. Allumer la lampe UV lorsque les niveaux de gaz d'essai atteignent un point souhaité.
- 9. Permettre à la valeur de l'échantillon irradié d'atteindre l'équilibre, habituellement en 5 minutes.
- 30 10. Enregistrer la valeur affichée par l'analyseur.
- 11. Reporter la "Valeur Initiale", c'est-à-dire pas d'UV, la "Valeur Finale" après l'exposition aux UV pendant la période établie, la Valeur Δ, c'est-à-dire Initiale - Finale et le % de réduction ", c'est-à-dire la valeur Δ/valeur initiale x 100.

[0063] Les résultats sont illustrés ci-dessous dans le tableau II.

	%Elimination du NO
F1	3.6
F2	4.0
F3	6.0
F4	10.9
Fs	9.0
F6	4.9
F7	14.3

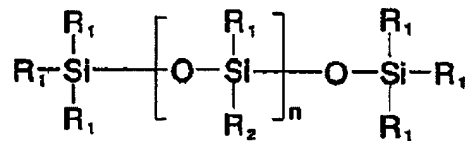


On revendique ce qui suit :

1. Une composition capable de former un revêtement translucide sur la surface d'un matériau de construction comprenant au moins :

5 a) des particules photocatalytiques de dioxyde de titane ayant au moins une activité de-NO_x constituées essentiellement d'au moins 50% en masse d'une forme cristalline anatase, lesdites particules ayant une taille moyenne comprise dans la plage de 1 nm à 150 nm et une surface spécifique par gramme d'au moins 30 m²/g, et

10 b) une matière à base de silicium dans laquelle lesdites particules a) sont dispersées, où ladite matière à base de silicium comprend au moins un dérivé de polysiloxane de formule



où

R₁ et R₂ sont des radicaux alkyles ayant 1 à 20 atomes de carbone ou phényle,

15 L'amélioration consistant à incorporer dans ladite composition des particules c) ayant une activité de-HNO₃ sélectionnées parmi le carbonate de calcium, le carbonate de magnésium et des mélanges des deux

où

20 (i) les particules de a) et c) sont présentes en une quantité inférieure à 20% en poids du poids total de ladite composition ;

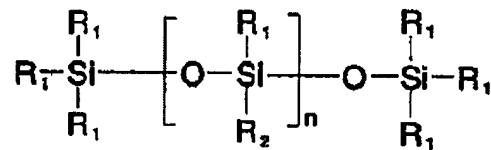
(ii) le rapport des particules c) ayant une activité de-HNO₃ aux particules photocatalytiques a) est compris dans la plage de 0.05 : 2 à 0.2 : 0.8, et

(iii) les particules ayant une activité de-HNO₃ et les particules photocatalytiques de dioxyde de titane ne sont pas en contact intime les unes avec les autres.

2. Un mince film translucide amélioré adhérent à une surface de matériau de 25 construction et dérivé d'une dispersion contenant au moins :

a) des particules photocatalytiques de dioxyde de titane ayant au moins une activité de-NO_x constituées essentiellement d'au moins 50% en masse d'une forme cristalline anatase, lesdites particules ayant une taille moyenne comprise dans la plage de 1 nm à 150 nm et une surface spécifique par gramme d'au moins 30 m²/g, et

30 b) une matière à base de silicium dans laquelle lesdites particules a) sont dispersées, où ladite matière à base de silicium comprend au moins un dérivé de polysiloxane de formule



où

35 R₁ et R₂ sont des radicaux alkyles ayant 1 à 20 atomes de carbone ou phényle,

où l'amélioration consiste à incorporer dans ladite dispersion avant l'application des particules c) ayant une activité de-HNO₃ sélectionnées parmi le carbonate de calcium, le carbonate de magnésium et des mélanges des deux, où

40 (i) les particules de a) et c) sont présentes dans la dispersion en une quantité inférieure à 20% en poids du poids total de ladite dispersion ;

- (ii) le rapport des particules c) ayant une activité de-HNO₃ aux particules photocatalytiques a) est compris dans la plage de 0.05 : 2 à 0.2 : 0.8, et
(iii) les particules ayant une activité de-HNO₃ et les particules photocatalytiques de dioxyde de titane ne sont pas en contact intime les unes avec les autres.
- 5 3. La composition conformément à la revendication 1, où les particules cristallines de dioxyde de titane affichent une taille moyenne de 5 nm à 20 nm.
4. La composition conformément à la revendication 1, où les particules photocatalytiques sont présentes en une quantité de 0.1% à 15% en poids (exprimé en matière sèche) du poids total de ladite composition.
- 10 5. La composition conformément à la revendication 1 contenant aussi un solvant.
6. Un procédé servant à conférer des propriétés d'auto-nettoyage des contaminants atmosphériques à la surface d'un matériau, ledit procédé consistant à appliquer sur la surface dudit matériau une composition conformément à la revendication 1, et à sécher ou à durcir la composition pour obtenir dessus un revêtement de film mince.

15

Nombre de lignes : 400