SE
SECRETARÍA DE ECONOMÍA

In titut
Mexi an
d la Pr pi dad
Industrial

TÍTULO DE PATENTE NO. 326787

Titular(es): UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLAS DE HIDALGO

Domicilio: Santiago Tapia No. 403, Col. Centro, 58000, Morelia, Michoacán, MEXICO

D nominación: GEOPOLIMERO FOTOLUMINISCENTE

Clasificación: Int.Cl.8: E01F9/016

Inventor(es): JOSÉ CARLOS RUBIO AVALOS; WILFRIDO MARTINEZ MOLINA; ELIA MERCEDES ALONSO GUZMAN; FERNANDO AUGUSTO VELASCO AVALOS

[illegible]úm[illegible] **[illegible]presentación:**

[illegible]200[illegible]6 [illegible]e enero de 2008

PRIORIDAD

País: **Fecha:**

V[illegible][illegible]ños

F[illegible]iento[illegible] [illegible]e enero de 2028

La[illegible] de re[illegible]renci[illegible]orga con [illegible]o en los artículos 1º, [illegible]y [illegible]dustrial.

De[illegible]idad [illegible] 23 de la[illegible]iedad Industrial[illegible]una [illegible]rogables, co[illegible] presenta[illegible] la[illegible] y estará suj[illegible]ma[illegible]

Qu[illegible]tulo lo ha[illegible] Ley de la Pr[illegible] [illegible]ficial de[illegible] [illegible]/05/1999, 26[illegible]/2004, 16/06/2005, 26/[illegible]/2006, 0[illegible]/05/2009,06/01/2[illegible], 28/06/2010, 27/01/201[illegible] [illegible]racción V in[illegible] a), 4º y 12º fraccion[illegible] I y III d[illegible] Reglamento del In[illegible]no de la Propiedad [illegible] 14/12/1999, [illegible]rmado el 01[illegible]7/2002, 15/07/2004, 28/[illegible]/2004 y [illegible]/09/2007); artículo[illegible] 1º, 3º, [illegible]ón V inciso a) [illegible] III y 30 del Estatu[illegible] Orgánico de[illegible] Instituto Mexicano de la [illegible]opiedad [illegible]dustrial (D.O.F. 27/1[illegible], reformado el 10/10/[illegible], 04/08/2004 y 13/09/2[illegible]07); 1º, 3º y [illegible] inciso a) del Acuerdo qu[illegible] delega fa[illegible]cultades en los Directores [illegible]irectores Divisionales, Titu[illegible]res de las Of[illegible]inas Regionales, Subdir[illegible]tores Div[illegible]ionales, Coordinadores Departam[illegible]mos del Instituto Mexicano de la Propiedad In[illegible]strial. (D.O.F. 15/12/199[illegible] reforma[illegible] el 04/02/2000, 29/07/2004, 04/08/2004 y 13/09/2007).

Fecha de expedición: 10 de noviembre de 2014

LA DIRECTORA DIVISIONAL DE PATENTES

NAHANNY CANAL REYES

326787
10-11-14

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

GEOPOLIMERO FOTOLUMINISCENTE.

DESCRIPCIÓN

OBJETO DE LA INVENCIÓN

El objeto de la presente invención trata del desarrollo de un geopolímero fotoluminiscente. Este material puede ser obtenido a temperatura ambiente, y/o a bajas temperaturas en alrededor de 40-300° C, puede obtenerse en cualquier horno convencional ó estufa, sin descartar el uso de microondas. Las aplicaciones de este material se enfocan al desarrollo de materiales cerámicos, compuestos, morteros y concretos geopoliméricos fotoluminiscentes.

ANTECEDENTES

Los polímeros inorgánicos ó geopolímeros son adhesivos sintéticos desarrollados recientemente y son productos de las reacciones de soluciones álcali- silicato y alumino-silicatos sólidos. Joseph Davidovits en 1979 crea y aplica el término "geopolímero". Desde entonces estos adhesivos minerales han sido utilizados para el desarrollo de materiales compuestos ó composites, un ejemplo está en la patente US 5,244726 de Laney, et al. y otro en la patente US 4,888,311 de Davidovits et al. Los geopolímeros también se han aplicado en la síntesis de cementos y mezclas de cementos tal como se describe en las patentes US 5,820,668 de Comrie, et al., US 5,194,091 de Laney et.al., US 5,288,321, de Davidovits et al., US 4,642,137 de Heitzmann, et al. y en la US 4,509, 985 de Davidovits et al.

Los geopolímeros se han usado para más aplicaciones tales como fabricación de ladrillos, materiales cerámicos, paneles de madera, etc.

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

El término "cementos geopolímericos" ó "geopolímeros" hasta el momento no han sido claramente definidos en el estado de la técnica. En general, en la presente solicitud de patente, se emplea como geopolímeros a sistemas cementantes inorgánicos en el que una red tridimensional zeolítica ha sido formada por una reacción de policondensación.

Los materiales precursores incluyen:

a) Precursores del tipo aluminosilicato, tal como la meta-caolinita, la cual puede ser fabricada por la calcinación de la caolinita alrededor de los 700°C:

$$Al_2O_3.2SiO_2.2H_2O \xrightarrow{\text{calor}} Al_2O_3.2SiO_2 + 2H_2O$$

b) Los precursores también pueden contener cantidades variables, pero limitadas, de otros óxidos, principalmente óxido de calcio, tal como es el caso de la ceniza volante clase "F".

c) Los polisilicatos de sodio ó potasio ($Na_2O.nSiO_2$, $K_2O.nSiO_2$), e hidróxidos de sodio y/o potasio los cuales están disponibles en grandes cantidades por la industria química. La función de los hidróxidos de sodio y/o potasio es la de mantener un pH alto en el sistema.

Los productos de la reacción de polimerización que resulta en el fraguado y endurecimiento del geopolímero puede expresarse esquemáticamente como sigue:

$$Al_2O_3.2SiO_2 + Na_2O.nSiO_2 \longrightarrow Na_n(-(SiO_2)z-AlO_2)n, wH_2O \text{ (polisialato de sodio)}$$

Micro-estructuralmente, se pueden considerar a los Geopolímeros como materiales amorfos a semi-cristalinos formados principalmente por redes tridimensionales de estructuras de alumino-silicatos. Para la designación química de geopolímeros, materiales basados en silico-aluminatos, se sugirió denominarlos: polisialatos. Un Sialato es una abreviación para silicato-oxigeno-aluminato Los polisialatos son polímeros inorgánicos sintetizados u

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

obtenidos en forma de cadenas ó anillos. La red de sialatos consiste en tetraedros de SiO_4 y AlO_4 unidos por oxígenos. Adicionalmente, contienen iones positivos tales como: Na^+, Li^+, Ca^{2+},Ba^{2+}, NH^{4+}, H_3O^+ y estos deben de estar presentes en las cavidades de la red para balancear las cargas negativas del Al^{3+} en estado de coordinación de cuatro.

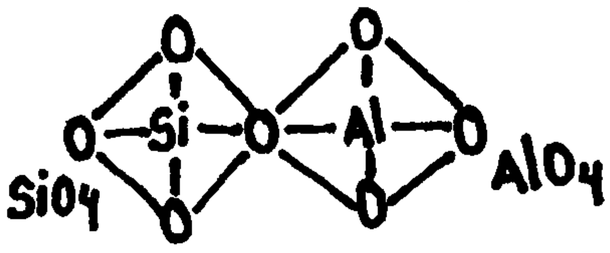
Los polisialatos tiene la fórmula empírica:

M_n (-(SiO_2)z-AlO_2)n, wH_2O;

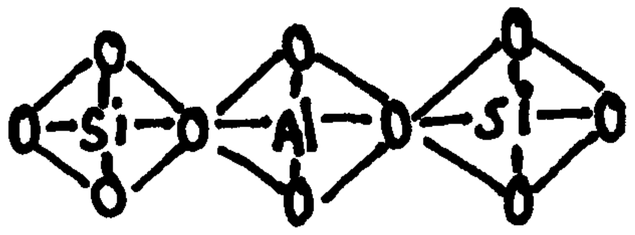
En donde z es 1,2, ó 3, M es un catión monovalente tal como potasio ó sodio, y "n" es el grado de policondensación.

De acuerdo a su relación Si:Al se denominan de la siguiente manera:

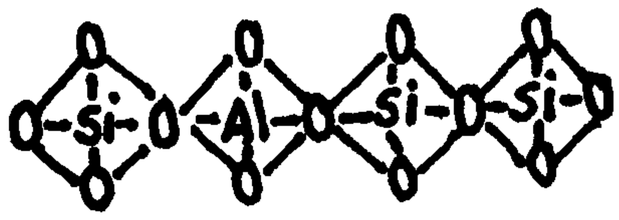
Si:Al = 1, (-Si-O-Al-O-) como polisialatos



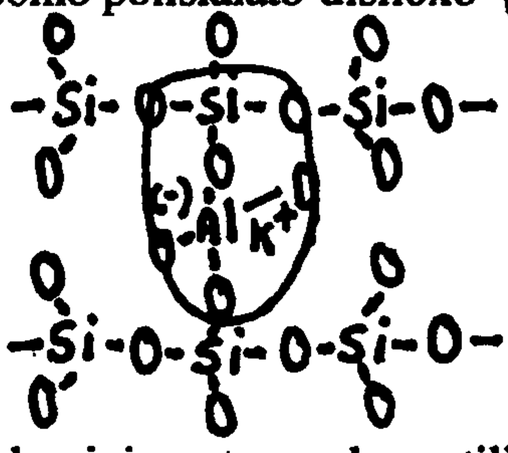
Si:Al =2, (-Si-O-Al-O-Si-O-) como polisialato-siloxo



Si:Al = 3, (-Si-O-Al-O-Si-O-Si-O-) como polisialato-disiloxo



Si:Al mayor a 3, Enlace tipo sialato



Para el desarrollo de materiales fotoluminiscentes se han utilizado polímeros orgánicos y vidrios debido a que permiten el paso de la radiación solar, específicamente los rayos U.V.A, U.V.B y U.V.C. hacia el interior de la matriz ó material. La fuente de energía de excitación para materiales fotoluminiscentes es la radiación electromagnética (luz visible e

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

invisible) típicamente la luz ultravioleta con una longitud de onda entre 10 y 380 nm. Estas fuentes de excitación son indispensables para generar el efecto fotoluminiscente.

La fotoluminiscencia se desarrolla siguiendo los pasos que a continuación se describen:

Paso 1. El electrón se excita por radiación ultravioleta ó del espectro visible llegando hasta la banda de conducción. Paso 2. El electrón cae en la trampa, emitiendo un fotón infrarrojo (la trampa es un nivel de energía intermedia debido a una impureza). Paso 3. El electrón cae en un nivel inferior emitiendo un fotón de luz visible.

Los materiales fotoluminiscentes actualmente disponibles en el mercado están elaborados usando matrices ó materiales orgánicos (polímeros) y estos materiales son altamente vulnerables al ataque de los rayos U.V. provocando su destrucción y/o deterioro. Por otro lado, el uso del vidrio como material inorgánico de soporte, genera costos elevados al requerir de altas temperaturas (800°C ó mayores) para su fabricación. En la búsqueda de reducir costos e incrementar la durabilidad de los materiales fotoluminiscentes algunos investigadores han tratado de desarrollar pastas de cemento fotoluminiscentes (específicamente fosforescentes) usando el cemento portland como aglomerante, por ejemplo en la patente U.S. No. 6,596,074, Robert S. Pomeroy describe un proceso para la obtención de productos de cemento inorgánico fosforescentes. Pomeroy et al. utiliza una formulación basada en cemento portland, óxido de calcio, cemento portland blanco, yeso, cemento aluminato de calcio y en algunas formulaciones utiliza polímero orgánico como resinas epóxicas.

Sin embargo, el uso de estos materiales en su mayoría de naturaleza cristalina limitan el paso de la radiación ó fuente de excitación hacia el interior del material fotoluminiscente

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

reduciendo drásticamente la eficiencia de éstos y/o encareciendo los productos obtenidos al requerir de altas cantidades de material ó pigmentos fotoluminiscentes.

Por lo tanto, en base a la literatura actual y para suprimir los inconvenientes que presentan los cementos inorgánicos de naturaleza cristalina, como el cemento portland, los vidrios y los polímeros orgánicos y con todos los antecedentes aquí descritos, se pensó en el uso y aprovechamiento de las propiedades ópticas de los geopolímeros nunca antes descubiertas, utilizadas, ni tampoco explotadas alrededor del mundo, por lo que se desarrolló el presente geopolímero fotoluminiscente que se pretende proteger por medio de la presente solicitud, pues se trata de un material fotoluminiscente de naturaleza inorgánica con capacidad de transmisión de las fuentes de excitación hacia los cristales luminiscentes embebidos en su matriz y con una alta emisión de luz una vez retirada estas fuentes excitadoras. Este Geopolímero Fotoluminiscente requiere de muy bajas temperaturas para su obtención entre 15°C a 300°C, es ecológico, reciclable, estético, resistente al fuego y tiene capacidad estructural.

BREVE DESCRIPCION DE LA INVENCIÓN.

La presente invención se refiere a un geopolímero de material inorgánico con estructura amorfa a semi-cristalina con propiedades fotoluminiscentes. Es un material que al explotar sus propiedades ópticas es útil para el desarrollo y/o fabricación de materiales cerámicos, morteros, concretos y composites fotoluminiscentes los cuales pueden ser aplicados en la industria en general, siendo principalmente útil las industrias de señalización, tránsito, eléctrica, electromecánica, arquitectónica y decoración, construcción, militar, automotriz, aeronáutica, petrolera, naval, así como de energías alternativas. El geopolímero fotoluminiscente de la presente invención se caracteriza por tener una alta resistencia a la

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

luz ultravioleta a diferencia de los polímeros orgánicos fotoluminiscentes existentes actualmente en el mercado. Adicionalmente, el geopolímero fotoluminiscente de la presente invención también presenta alta resistencia al fuego y de aislamiento eléctrico así como una alta resistencia química a diversos compuestos y solventes orgánicos.

Este material en el momento de su elaboración tiene propiedades adhesivas ó aglomerantes por lo que puede ser usado como un cemento inorgánico y puede adherirse a superficies metálicas, cerámicas, vidrios y composites.

Este geopolímero fotoluminiscente una vez excitado por alguna fuente de rayos UV puede emitir desde el interior de su matriz luz hasta por alrededor de 12 horas, pudiendo cambiar el color de esta dependiendo del cristal fotoluminiscente utilizado.

Otra ventaja de este geopolímero fotoluminiscente es que se obtiene a temperatura ambiente ó temperaturas inferiores de los 300°C, reduciendo considerablemente los costos de producción en la industria.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

El uso y explotación de los geopolímeros se ha centrado en aplicarlo como material aglomerante ó cementante, material cerámico, composite y como abrasivo, entre otras. Sin embargo, sus aplicaciones pueden ampliarse debido a sus propiedades ópticas que presentan al ser un material con estructura amorfa a semi-cristalino, a diferencia del cemento portland, cal hidráulica, yesos, porcelanas, etc. todos estos materiales son de naturaleza cristalina. Los geopolímeros, permiten el paso de la luz solar desde su superficie hacia la parte superior de la matriz dando propiedades ópticas diferentes que pueden ser aprovechadas y aplicadas con éxito para la síntesis, desarrollo y fabricación del presente material que se desea proteger con esta patente.

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

Todos los detalles característicos de este geopolímero fotoluminiscente y su proceso de fabricación, los cuales se buscan proteger por la presente patente de invención, se muestran claramente a continuación:

El geopolímero fotoluminiscente es un material cerámico con propiedades adhèsivas ó aglomerantes, muy útil para recubrimientos sobre sustratos inorgánicos, tales como: metales, vidrios, materiales cerámicos. Adicionalmente, este geopolímero fotoluminiscente puede usarse también para la fabricación de morteros y/o concretos geopoliméricos fotoluminiscentes, así como composites y cerámicos fotoluminiscentes.

Este material geopolimérico fotoluminiscente puede obtenerse a temperatura ambiente, o si se desea reducir el tiempo de fabricación e incrementar la productividad puede fabricarse usando estufas ó hornos convencionales de baja temperatura con un rango de hasta 300°C, pudiéndose usar cualquier horno con temperaturas mayores a 300°C reduciendo aún más el tiempo de fabricación. Los geopolímeros fosforescentes ó fotoluminiscentes también pueden ser obtenidos a través del uso de microondas, reduciendo aún más el tiempo de fabricación aproximadamente de 15 a 30 min.

El material geopolimérico fotoluminiscente de la presente invención está constituido por una pasta geopolimérica, pigmentos ó cristales fotoluminiscentes y agregados inertes pudiendo también contener fibras de refuerzo tales como: fibras de vidrio, acero, basálticas, cerámicas, poliméricas ó plásticas, etc.

A continuación se describen estos elementos y sus funciones para la formación, constitución y fabricación de este geopolímero fotoluminiscente:

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

1. Pasta geopolimérica.

La pasta geopolimérica realiza la función de unir o aglomerar, tanto a los agregados finos como a los cristales fotoluminiscentes y a las fibras de refuerzo si es que el producto las tuviera en su composición. Al igual que las pastas de cemento portland en los concretos y morteros hidráulicos, la pasta geopolimérica también aporta propiedades mecánicas que son evaluadas en conjunto con los agregados y las fibras, es decir, la pasta geopolimérica una vez policondensada (endurecida) realiza la función específica de una matriz cerámica y los agregados y fibras realizan la función del refuerzo. Sin embargo, a diferencia de otras matrices cerámicas y/o cementantes inorgánicos esta matriz también aporta propiedades ópticas nunca antes obtenidas con estos cementantes ó aglomerantes inorgánicos ó bien con los cerámicos cristalinos actuales.

La pasta geopolimérica de la presente invención es un material amorfo a semicristalino, similar a las zeolitas pero con menos contenido de agua que éstas, es decir, son aluminosilicatos sódicos y/o potásicos hidratados.

Las pastas geopoliméricas ó geopolímeros líquidos son también llamados polisialatos. Estos materiales pueden ser sintetizados a temperatura ambiente, a partir de los 5°C y hasta 50°C, sin embargo, también se pueden usar temperaturas entre 50°C y 300°C con el uso de hornos convencionales incrementando la velocidad de policondensación y reduciendo los tiempos de obtención de las pastas geopoliméricas. Químicamente los geopolímeros consisten en redes tridimensionales de tetraedros de aluminatos y silicatos (AlO_4^- y SiO_4) balanceados por medio de cationes de metales alcalinos tales como: K^+, Na^+, Li^+ y Cs^+. Los geopolímeros se forman por la reacción de minerales del tipo aluminosilicato con sílice y soluciones acuosas altamente alcalinas MOH, en donde:

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

M es un catión alcalino: Na^+, K^+, Cs^+, Li^+, etc.

Siendo los más comunes y comercialmente e industrialmente viables los dos primeros.

Estos materiales fueron inicialmente reconocidos en Ucrania por Glukhovsky se les llamó "suelo-cemento". La hipótesis y trabajo de Glukhovsky se enfocó hacia la durabilidad de los concretos antiguos y establecía que esta durabilidad era por la co-existencia de silicatos de calcio hidratados y aluminosilicatos alcalinos hidratados, sin embargo, fue Davidovits en 1976 quien examinó la estructura química más de cerca y los llamó geopolímeros.

Estos materiales basados en cadenas de polisialatos (ver composición y estructura en la sección de antecedentes para más detalles) han dado lugar a un sinnúmero de patentes y productos alrededor del mundo, siendo los principales Davidovits y colaboradores, sin embargo, nadie hasta la fecha había descubierto, usado y explotado las propiedades ópticas de estos materiales como se presenta en la presente patente.

2. Agregados inertes.

Se entenderá por agregado inerte para fines de esta patente a cualquier material inorgánico, orgánico, orgánico-inorgánico e inorgánico-orgánico que no presente reacción química alguna con la pasta geopolimérica ó con el refuerzo si es que lo hubiere.

Algunos ejemplos de agregados inertes pueden ser basaltos, cuarzos, granitos, calcitas, mármoles, agregados plásticos ó poliméricos elaborados con resinas poliéster insaturado, monómeros de estireno, monómeros de metilmetacrilato, entre otras.

La función principal de los agregados inertes es la de dar "cuerpo" ó volumen al material fotoluminiscente ayudando además a eliminar los agrietamientos ó fracturas producidas por el proceso de policondensación (transformación de líquido a sólido). En este proceso la

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

pasta pierde volumen por la evaporación del agua y/o deshidratación, por lo que los agregados inertes realizan la función de absorber y regular los cambios dimensionales. Adicionalmente y dependiendo de la dureza y resistencia mecánica del agregado, su granulometría, área superficial, energía de superficie y ángulos de contacto, este puede ayudar a transmitir los esfuerzos mecánicos a través del geopolímero fotoluminiscente, comportamiento similar a la de los concretos hidráulicos tradicionales.

3. Cristales fotoluminiscentes.

Los materiales inorgánicos luminiscentes son compuestos cristalinos producidos sintéticamente que absorben la energía que actúa sobre ellos y subsecuentemente emiten esta energía como luz. La emisión de luz, para la cual en contraste a la radiación térmica, la energía de excitación no contribuye a la energía térmica del compuesto, es conocida como luminiscencia.

Para el caso específico de la fosforescencia (una subdivisión de la fotoluminiscencia) se debe usar pigmentos inorgánicos luminiscentes basados en compuestos de fosforo los cuales tienen las siguientes propiedades:

a) Son cristales que se excitan por la luz de día ó luz artificial.

b) Alta capacidad de radiación durante las primeras horas después de retirada la fuente de excitación.

c) Un largo periodo de emisión de luz después de retirada la fuente de excitación y detectable por el ojo humano.

d) Un espectro de emisión correspondiente a la curva de sensibilidad del ojo humano.

e) Una alta estabilidad química.

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

Algunas composiciones químicas de algunos cristales comercialmente disponibles son: ZnS:Cu, ZnS:MnCu, $Sr_2MgSi_2O_7$:DyEu, $SrAl_2O_4$:Dy,Eu, ZnS:Cu,Co, (Zn,Cd)S:Cu, etc.

A la fecha de la presente solicitud, estos cristales fotoluminiscentes solo habían sido embebidos en matrices orgánicas, es decir, en polímeros orgánicos transparentes ó vidrios.

4. Fibras de refuerzo.

Las fibras de refuerzo como su nombre lo indica, tienen la función principal de incrementar las propiedades mecánicas como: resistencia a la compresión simple, flexión, modulo de ruptura, resistencia al impacto, resistencia a la tensión. También ayudan a eliminar los agrietamientos ocasionados por el proceso de policondensación.

Puede usarse cualquier tipo de fibra que resista la reacción álcali-silice ó soluciones extremadamente básicas del orden de pH entre 11 a 14.

Las siguientes fibras son ideales para utilizarse como refuerzo: fibras básalticas, acero, carbono, vidrio "AR" del inglés: alkali- resistant, este es un vidrio "resistente a álcalis" los cuales contienen óxido de zirconia en su composición.

Otras fibras cerámicas también pueden usarse para la fabricación y refuerzo de los geopolímeros fotoluminiscentes tales como: SiC, Al_2O_3, SiO_2, sin embargo, debido a su alto costo serán consideradas como refuerzos especiales.

COMPOSICIONES Y EJEMPLOS DE COMPOSICIONES PARA LA FABRICACION DE LOS GEOPOLIMEROS FOTOLUMINISCENTES:

Para la obtención de este novedoso Geopolímero Fotoluminiscente, primeramente se describirán las composiciones molares de los distintos compuestos químicos que intervienen para su formulación.

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

Las pastas geopoliméricas para formar las matrices de los geopolímeros fotoluminiscentes pueden sintetizarse a partir de las siguientes relaciones molares y deben de estar dentro de estos rangos ya que fuera de los mismos el sistema geopolimérico pierde su estabilidad y durabilidad.

M_2O/SiO_2 = 0.20 a 0.48

SiO_2/Al_2O_3 = 3.3 a 4.5

H_2O/M_2O = 10.0 a 25.0

M_2O/Al_2O_3 = 0.8 a 1.6.

Donde: M_2O, representa cualquier óxido alcalino, principalmente óxido de sodio y óxido de potasio y/o cualquier mezcla de óxido de sodio y óxido de potasio.

Del rango de composiciones anteriores se probó que la mejor composición para la obtención de éste geopolímero fotoluminiscente queda establecida con las siguientes relaciones molares:

M_2O/SiO_2 = 0.25

SiO_2/Al_2O_3 = 4

H_2O/M_2O = 14

M_2O/Al_2O_3 = 1

A partir de las relaciones molares anteriores se puede sintetizar y/o obtener la pasta para el geopolímero fotoluminiscente, sin embargo, para la obtención final del producto se requiere forzosamente de la adición de pigmentos fotoluminiscentes, pudiendo ó no contener agregados minerales y fibras de refuerzo.

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

Por lo tanto, para ejemplificar y detallar de una manera más completa la presente invención se darán algunos ejemplos de materiales y el proceso completo para obtener el geopolímero fotoluminiscente.

Es importante mencionar que los ejemplos siguientes son solo para describir y detallar algunos materiales y el proceso de obtención, sin embargo, este geopolimero fotoluminiscente puede obtenerse con cualquier otra fuente de materiales que contengan en su composición: óxido de silicio (SiO_2), óxido de aluminio (Al_2O_3), óxidos de metales alcalinos tales como K_20, Na_2O, y agua (H_2O) y que al combinarse cumplan específicamente con los rangos de relaciones molares establecidas anteriormente. Algunos ejemplos de estos materiales pueden ser: silicatos de potasio y/o silicatos de sodio sólidos y/o líquidos, piedra pómez, harina de sílice, ceniza volante, pseudobohemita, bauxita, alúmina hidratada ó anhidra, etc.

Ejemplo 1: Preparación y obtención de un geopolímero fotoluminiscente sin agregado y sin refuerzo (pasta fotoluminiscente).

Para la síntesis de esta pasta fotoluminiscente utilizaremos:

1. 222.127 gramos de meta-caolín, también conocido comercialmente como caolín calcinado y cuya formula química es $Al_2O_3.2SiO_2$.
2. 120.168 gramos de nano-sílice conocida comercialmente con la marca comercial registrada de Aerosil de Degussa Corporation.
3. 112.2178 gramos de Hidróxido de Potasio.
4. 234.1924 gramos de Agua.
5. 20% en peso de pigmentos fotoluminiscentes, en relación al peso de la pasta obtenida por el proceso que se describe a continuación.

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

Para la fabricación del geopolímero fotoluminiscente con la composición anterior se sigue el procedimiento siguiente:

1. Se disuelve gradualmente el hidróxido de potasio en el agua, la cual se encuentra en agitación entre 500 y 700 rpm, una vez disuelto el hidróxido de potasio en su totalidad se continua agitando entre 500 y 700 rpm durante un mínimo de 10 minutos y hasta un máximo de 20 minutos.
2. Posteriormente la solución alcalina de agua-hidróxido se mezcla con la nano-sílice y se agita durante 15 minutos con una velocidad entre 500 rpm hasta 700 rpm.
3. En esta etapa se tiene ya una solución de silicato de potasio, la cual se deberá dejar reposar por un periodo mínimo de 30 minutos y un máximo de 24 horas. Esto con la finalidad de que se realice la disolución total y un equilibrio de la solución.
4. El proceso continúa con la adición del meta-caolín a la solución de silicato de potasio ya estabilizada y nuevamente se agita entre 500 y 700 rpm durante un tiempo máximo de 10 minutos.
5. En este momento se pesa la pasta y se le adiciona el 20% en peso de pigmentos fotoluminiscentes a la pasta y se agita entre 500 rpm y 700 rpm durante un mínimo de 5 minutos.
6. La pasta fotoluminiscente así preparada, se vacía en un molde de la forma deseada y se somete a un proceso de policondensación y curado.
7. El proceso de policondensación puede variar dependiendo de la temperatura principalmente y dependiendo de esta sigue los tiempos que se marcan a continuación: A temperatura ambiente (entre 20°C y 35°C) se requiere un tiempo mínimo de policondensación de 24 horas pudiendo requerir hasta de 72 horas. A

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

60°C la policondensación requiere un tiempo aproximado de 4 horas, a 90°C un tiempo de 1.5 horas y superior a los 120°C e inferior a 200°C en un tiempo de 0.5 horas, sin embargo, la mejor temperatura para sintetizar estos geopolímeros fotoluminiscentes se encuentra entre 40°C y 65°C.

8. Después de realizada la policondensación, el geopolímero fotoluminiscente se puede desmoldar. De esta manera la pasta geopolimérica fotoluminiscente se encuentra lista y terminada para su uso y aplicación, previa exposición en alguna fuente de luz UV (ejemplo: radiación solar, etc.)

EJEMPLO 2: OBTENCION DE UN MORTERO Y/O CERAMICO GEOPOLIMERICO FOTOLUMINISCENTE.

Para la síntesis de este mortero y/o cerámico fotoluminiscente utilizaremos:

1. 222.127 gramos de meta-caolín, también conocido comercialmente como caolín calcinado y cuya formula química es $Al_2O_3.2SiO_2$.
2. 120.168 gramos de nano-sílice conocida comercialmente con la marca comercial registrada de Aerosil de Degussa Corporation.
3. 112.2178 gramos de Hidróxido de Potasio.
4. 234.1924 gramos de Agua.
5. 20% en peso de pigmentos fotoluminiscentes, en relación al peso de la pasta
6. Agregados minerales en este caso específico se usará marmolina con una granulometría comercial conocida como cero gruesa.

Para la fabricación del mortero o cerámico geopolimérico fotoluminiscente con la composición anterior se sigue el procedimiento siguiente:

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

1. Se siguen exactamente los pasos 1,2,3,4, y 5 descritos en el ejemplo 1 de esta patente.
2. Una vez terminado el paso 5 se adiciona el agregado mineral (marmolina, basalto, etc.) en una relación de 1 parte en peso de pasta geopolimérica fotoluminiscente a 1 parte en peso y hasta un máximo de 2.5 partes en peso de agregado, dependiendo de la calidad del producto a fabricar. Entre mayor sea la cantidad de agregado mineral adicionado a la mezcla geopolimérica fotoluminiscente, la capacidad de emisión de luz producida por la matriz se verá obstaculizada y reducida por la interferencia de los agregados cristalinos adicionados. Por lo que para una mayor eficiencia de este geopolímero fotoluminiscente se deberá de cuidar la relación agregado mineral/pasta fotoluminiscente. Recordando que el agregado a utilizar puede ser también de naturaleza vítrea o tránslucida incrementando y mejorando su eficiencia y calidad del mortero ó cerámico fotoluminiscente.
3. Para este ejemplo se recomienda usar una relación agregado/pasta de 1, es decir, por 100 gramos de pasta fotoluminiscente se usaran 100 gramos de agregado. Esta mezcla se puede revolver manualmente ó bien en alguna mezcladora comercial de morteros y/o concretos, dependiendo de la cantidad a elaborar.
4. Posteriormente, el material preparado se coloca en moldes ó cimbras y se policondensa siguiendo cualquiera de los tiempos y temperaturas descritas en el paso 7 del ejemplo 1.
5. Finalmente el mortero ó cerámico fotoluminiscente obtenido se descimbra ó desmolda y el material estará listo para su uso y aplicación, previa exposición a rayos UV.

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

EJEMPLO 3: MATERIAL COMPUESTO Ó COMPOSITE GEOPOLIMERICO FOTOLUMINISCENTE.

Para la síntesis de este composite fotoluminiscente utilizaremos:

1. **222.127 gramos de meta-caolín, también conocido comercialmente como caolín calcinado y cuya formula química es $Al_2O_3.2SiO_2$.**
2. **120.168 gramos de nano-sílice conocida comercialmente con la marca comercial registrada de Aerosil de Degussa Corporation.**
3. **112.2178 gramos de Hidróxido de Potasio.**
4. **234.1924 gramos de Agua.**
5. **20% en peso de pigmentos fotoluminiscentes, en relación al peso de la pasta**
6. **Cualquiera de las siguientes fibras de refuerzo: fibras de acero, vidrio resistente a álcalis (AR Glass), carbono, basáltica, pueden ser usadas para fabricar el composite. El refuerzo seleccionado puede ser incluido dentro de un rango del 0.1% en peso y hasta un 10% en peso en relación a la pasta geopolimérica fotoluminiscente. En el presente ejemplo se usaron fibras de vidrio resistente a álcalis, suministradas por la Nippon Electric Glass con un alto contenido de óxido de circonia (ZrO_2) y de un tamaño de 12.5 mm ó ½ pulgada de longitud y en una cantidad de 2% en peso en relación a la pasta geopolimérica fotoluminiscente obtenida por el proceso descrito en el ejemplo 1.**

Para la obtención y/o fabricación de este composite fotoluminiscente se realiza el siguiente proceso:

a) **Se fabrica la pasta geopolimerica fotoluminiscente descrita en el ejemplo 1 siguiendo los paso del 1 al 5.**

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

b) Una vez obtenida esta pasta se adicionan las fibras de refuerzo, en este caso de vidrio AR, en un 2% en peso en relación a la pasta geopolimérica fotoluminiscente y se mezclan manualmente ó con el uso de revolvedoras para morteros ó concretos dependiendo de la cantidad a elaborar. Para la cantidad descrita en este ejemplo, un mezclado manual es suficiente. El mezclado se realiza hasta que las fibras están dispersas en su totalidad y el tiempo de mezclado no deberá ser mayor a 10 minutos desde la adición de las fibras hasta el colado en el molde ó cimbra.

c) Posteriormente, una vez que la mezcla fibras-pasta está homogénea ó bien distribuida se procede al colado y/o vaciado en moldes y /o cimbras para su policondensación respectiva, siguiendo los tiempos y temperaturas descritas en el paso 7 del ejemplo 1.

d) Finalmente, una vez realizada la policondensación del composite geopolimérico fotoluminiscente, este se desmolda y/o descimbra y está listo para su uso y/o aplicación, previa excitación de cualquier fuente de rayos UV.

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

REIVINDICACIONES

Habiendo descrito suficientemente nuestra invención, la consideramos como una novedad y por lo tanto reclamamos como de nuestra exclusiva propiedad, lo contenido en las siguientes reivindicaciones:

1. Un Geopolímero Fotoluminiscente capaz de absorber y emitir luz caracterizado porque comprende una matriz geopolimérica y pigmentos ó cristales fotoluminiscentes, donde dicha matriz geopolimérica es una matriz de estructura amorfa a semi-cristalina, constituida principalmente por aluminosilicatos de óxidos metálicos alcalinos hidratados y de fórmula general: M_n (-(SiO_2)z-AlO_2)n, wH_2O en donde z es 1,2, ó 3; M es un catión monovalente seleccionado del grupo potasio y sodio; y "n" es el grado de policondensación. La matriz geopolimérica puede ser formulada y obtenida en el siguiente rango de composiciones molares y con los siguientes compuestos:

COORDINACION GENERAL DE DELEGACIONES FEDERALES
SE
26 AGO. 2014
RECIBIDO
DELEGACION FEDERAL EN MICH.

M_2O/SiO_2 = 0.20 a 0.48

SiO_2/Al_2O_3 = 3.3 a 4.5

H_2O/M_2O = 10.0 a 25.0

M_2O/Al_2O_3 = 0.8 a 1.6.

Donde M_2O es cualquier óxido metálico alcalino principalmente, óxido de sodio, óxido de potasio y/o la combinación de estos. Para obtener el geopolímero fotoluminiscente, objeto de esta invención y que la matriz pueda emitir luz es necesario la adición de uno de los cristales fotoluminiscentes constituidos por los siguientes compuestos químicos: ZnS:Cu, ZnS:MnCu, $Sr_2MgSi_2O_7$:DyEu,

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

$SrAl_2O_4$:Dy,Eu, ZnS:Cu,Co, (Zn,Cd)S:Cu en un rango desde el 0.01% en peso de la pasta geopolimérica y hasta un 30% en peso de la misma.

2. Un mortero ó concreto fotoluminiscente caracterizado porque comprende la composición geopolimérica fotoluminiscente de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque tiene la matriz geopolimérica la siguiente composición:

COORDINACION GENERAL DE DELEGACIONES FEDERALES
SE
26 AGO. 2014
RECIBIDO
DELEGACION FEDERAL EN MICHOA

M_2O/SiO_2 = 0.20 a 0.48

SiO_2/Al_2O_3 = 3.3 a 4.5

H_2O/M_2O = 10.0 a 25.0

M_2O/Al_2O_3 = 0.8 a 1.6.

A la formulación de la matriz se le adiciona desde el 0.01% en peso de la pasta geopolimérica y hasta un 30% en peso de la misma de uno de los cristales fotoluminiscentes constituidos por los siguientes compuestos químicos: ZnS:Cu, ZnS:MnCu, $Sr_2MgSi_2O_7$:DyEu, $SrAl_2O_4$:Dy,Eu, ZnS:Cu,Co, (Zn,Cd)S:Cu; una vez obtenida la pasta o matriz de geopolímero fotoluminiscente se le adiciona agregados minerales de tamaños y granulometrías obtenidas por los tamices números: 400, 300, 200, 100, 50, 30, 16, 8, 4, 3/8", 1/2", 3/4", 3/8" 1", 2", 3"; conforme a la clasificación de la Sociedad Norteamericana de Pruebas de Materiales (en inglés American Society of Testing Materials) A.S.T.M. Estándar E11-13; para la elaboración de los morteros y/o concretos fotoluminiscentes las relaciones: agregado mineral/pasta geopolimérica fotoluminiscente estarán definidas por las características físicas del agregado, la cantidad de agua utilizada para elaborar la pasta geopolimérica fotoluminiscente y las propiedades mecánicas requeridas por el concreto ó mortero fotoluminiscente.

Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

3. Un material compuesto ó composite geopolimérico fotoluminiscente caracterizado porque comprende la composición geopolimérica de conformidad con la reivindicación 1 y 2; y con la adición desde el 0.01% en peso de la pasta geopolimérica fotoluminiscente y hasta un 25% en peso de la misma de fibras de refuerzo, ya sea que estén presentes en forma aleatoria, lineal, bidimensional ó tridimensional. Las presentaciones del refuerzo están comprendidas por fibras cortas, continúas, mallas, whiskers, partículas ó láminas. Entre los refuerzos más comerciales a utilizarse para estos composites geopoliméricos fotoluminiscentes se encuentran las fibras de vidrio resistente a álcalis, carbono, acero, aramídicas, polipropileno, polietileno, carburo de silicio, alúmina, basálticas, en el caso de los whiskers y las partículas estas pueden ser de alúmina, mullita y acero.

SE
COORDINACION GENERAL DE DELEGACIONES FEDERALES
26 AGO. 2014
RECIBIDO
DELEGACION FEDERAL EN MICHOACAN

IMPI
Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

RESUMEN

La presente invención se refiere a un geopolímero de material inorgánico con estructura amorfa a semi-cristalina con propiedades fotoluminiscentes. Es un material que al explotar sus propiedades ópticas es útil para el desarrollo y/o fabricación de materiales cerámicos, morteros, concretos y composites fotoluminiscentes los cuales pueden ser aplicados en la industria en general, siendo principalmente útil las industrias de señalización, tránsito, eléctrica, electromecánica, arquitectónica y decoración, construcción, militar, automotriz, aeronáutica, petrolera, naval, así como de energías alternativas. El geopolímero fotoluminiscente de la presente invención se caracteriza por tener una alta resistencia a la luz ultravioleta a diferencia de los polímeros orgánicos fotoluminiscentes existentes actualmente en el mercado. Adicionalmente, el geopolímero fotoluminiscente de la presente invención también presenta alta resistencia al fuego y de aislamiento eléctrico así como una alta resistencia química a diversos compuestos y solventes orgánicos.

Este material en el momento de su elaboración tiene propiedades adhesivas ó aglomerantes por lo que puede ser usado como un cemento inorgánico y puede adherirse a superficies metálicas, cerámicas, vidrios y composites.

Este geopolímero fotoluminiscente una vez excitado por alguna fuente de rayos UV puede emitir desde el interior de su matriz luz hasta por alrededor de 12 horas, pudiendo cambiar el color de esta dependiendo del cristal fotoluminiscente utilizado.

Otra ventaja de este geopolímero fotoluminiscente es que se obtiene a temperatura ambiente ó temperaturas inferiores de los 300°C, reduciendo considerablemente los costos de producción en la industria.

SE
COORDINACION GENERAL DE DELEGACIONES FEDERALES
26 AGO. 2014
RECIBIDO
DELEGACION FEDERAL EN MICH