



(12)

## SOLICITUD de PATENTE

(43) Fecha de publicación: **30/04/2009** (51) Int. Cl: **C04B 35/624** (2006.01)  
(22) Fecha de presentación: **30/10/2007**  
(21) Número de solicitud: **2007013613**

<p>(71) Solicitante: <b>CENTRO DE INVESTIGACION Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL I. P. N. Av. Instituto Politécnico Nacional Número 2508 07360 Distrito Federal MX</b></p> <p>(72) Inventor(es): <b>JOSÉ MARTÍN YAÑÉZ LIMÓN Condominio B, Casa 17 Palma Cocotera 2060, Queretaro 76230 MX OSCAR GÓMEZ GUZMÁN JESÚS OMAR MARTÍNEZ FLORES</b></p> <p>(74) Representante: <b>LUIS ANTONIO CARREÑO SÁNCHEZ Av. Instituto Politécnico Nacional No. 2508, Edificio Administrativo, 1er Piso, Subdirección de Vinculación Tecnológica Distrito Federal 07360 MX</b></p>	
---	--

(54) Título: **PROCESO PARA LA OBTENCION DE MONOLITOS DE SIO2 CON PROPIEDADES DE MEMORIA OPTICA MEDIANTE EL PROCESO SOL-GEL.**

(54) Title: **PROCESS FOR THE OBTENTION OF SIO2 MONOLITHS HAVING OPTICAL MEMORY PROPERTIES BY MEANS OF THE SOL-GEL METHOD.**

### (57) Resumen

En esta patente se describe una ruta apropiada en la síntesis de monolitos de SiO<sub>2</sub> dopados con metales de transición obtenidos mediante el proceso sol-gel. En los cuales es posible inducir un alto contraste en la transmisión a la radiación visible. Este contraste entre zonas procesadas y zonas normales con radios en torno de 40 micras se induce mediante la focalización de radiación láser con bajas potencias de incidencia, en el rango de 1 a 48 mW. El contraste en la transmisión generada implica un efecto de memoria óptica el cual puede utilizarse como principio de almacenamiento de información cuya densidad de almacenamiento puede incrementarse con una óptica microscópica convencional en el tipo de monolitos de SiO<sub>2</sub> que se reportan en esta patente.

### (57) Abstract

The present patent describes a suitable path for the synthesis of SiO<sub>2</sub> monoliths doped with transition metals obtained by the sol-gel process. A high contrast may be induced in the monoliths in the transmission to the visible radiation. Said contrast between processed zones and normal zones having a radius of from about 40 microns is induced by means of focusing the laser radiation at a low incidence power, at a range of from about 1 mW to about 48 mW. The contrast in the generated transmission involves an optical memory effect that may be used as a means for storing information, wherein the storing density thereof may be increased with a conventional microscopic optic of the type of the SiO<sub>2</sub> monoliths herein described.

## Proceso para la obtención de monolitos de SiO<sub>2</sub> con propiedades de memoria óptica mediante el proceso sol-gel.

### Campo de la invención.

5 Específicamente esta invención se relaciona con la obtención de monolitos de SiO<sub>2</sub> obtenidos mediante el proceso sol-gel con la incorporación de metales de transición Mn, Cr, V y Mo en la matriz de SiO<sub>2</sub>. En estos monolitos es posible inducir un efecto de memoria óptica, el cual hace que estos materiales sean apropiados para el almacenamiento de información.

10

### Antecedentes de la invención.

La síntesis de monolitos de SiO<sub>2</sub>, ha presentado serios problemas debido a las fracturas que se originan durante el secado, a los tiempos de procesamiento (mayores a 20 días) y a la disminución en volumen (del orden del 75% o más) de estos materiales. Muchos  
15 investigadores han tratado de resolver estos problemas desde la década de los setentas y varios métodos han sido desarrollados, incluyendo secado supercrítico (1,2), uso de aditivos químicos (3,4), formación de híbridos orgánico-inorgánico (5,6,7), ajuste del valor de PH en el medio reactivo (8), uso de solventes reactivos (9), modificación de la estructura de los precursores (10), etc. Estos métodos pueden evitar la fractura de los  
20 monolitos y reducir el tiempo de gelación, es decir, el tiempo necesario para que el sistema pierda su fluidez y se convierta en un gel (11).

Es evidente que la ruta a seguir para la síntesis de los monolitos no es fácil, ya que se requiere de un buen control del proceso. Sin embargo el procedimiento para obtener los monolitos reportados en esta patente, permite obtener materiales libres de fracturas,  
25 semitransparentes, y presentan la importante propiedad de poder inducirles un efecto de memoria óptica, para lo cual el tiempo de procesamiento de estos materiales no es mayor a 10 días. El éxito de poder obtener estos monolitos sin la necesidad de utilizar aditivos en el proceso de síntesis para evitar fracturas, se debe a que el secado que se realiza sobre estos sistemas es lento, controlado y se efectúa de manera gradual. Estos monolitos se  
30 obtienen mediante el proceso sol-gel. Un ejemplo particular de un proceso sol-gel, involucra el sistema tetraetilortosilicato (TEOS), agua y etanol. El proceso sol-gel es una técnica versátil y barata que es ampliamente utilizada para la obtención de una gran

variedad de óxidos, y suministra una alternativa para la preparación de materiales vítreos y cerámicos. Estas aplicaciones se obtienen gracias a las diferentes etapas por las cuales pasa este proceso (solución, sol, gel, etc.) combinado con el control de la composición y las bajas temperaturas utilizadas, así, mediante esta técnica es posible producir materiales como películas, recubrimientos, fibras, monolitos, etc. La versatilidad de esta técnica permite introducir partículas en la matriz de estos materiales, modificando así, las propiedades ópticas, mecánicas, estructurales, eléctricas, etc., de estos materiales. La naturaleza química del proceso sol-gel esta basada en las reacciones de hidrólisis y policondensación de los precursores utilizados. Los precursores que se emplean de manera más común en este proceso son los alcóxidos, tal como el tetraetilortosilicato, también llamado TEOS ( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ) (12,13).

Cuando un material tiene especies que absorben en la radiación visible, como iones, partículas etc., y es irradiado con una fuente de luz, parte de la energía de la radiación es absorbida por las especies presentes en el material, provocando así cambios locales de temperatura en el material que pueden traducirse en cambios en el índice de refracción. En trabajos preliminares en nuestro grupo de investigación, J. O. Martínez Flores, J. M. Yañez Limón, et al. (14), se observó que en geles de  $\text{SiO}_2$  con metales de transición, se puede obtener la formación de anillos de difracción en la transmisión en campo lejano de un haz láser de prueba (He-Ne), cuando estos materiales son expuestos a la radiación de un láser de Ar, como sistema de excitación en la misma región del haz de prueba. Estos anillos permanecían por unas horas aun después de eliminar la incidencia del láser de Ar, este tipo de efecto inducido por el láser de excitación, constituye un efecto de difracción de permanencia prolongada en la muestra, el cual provoca un alto contraste en la transmisión a la radiación visible entre la zona procesada y las zonas normales del material, lo cual constituye un efecto de memoria óptica. Posteriormente nuestros trabajos en estos materiales, nos permitieron obtener una ruta adecuada para la fabricación de monolitos de  $\text{SiO}_2$ , estables, libres de fractura, semitransparentes en los cuales se puede inducir un efecto de memoria óptica de manera permanente, y es el sistema para el cual presentamos esta patente (15,16).

Actualmente, se han realizado diversos esfuerzos para incrementar la capacidad de almacenamiento de información en sistemas de cómputo. La durabilidad, grabado, borrado y bajo costo proporcionan a las memorias ópticas algunas ventajas respecto de las

memorias de almacenamiento magnético. Las memorias ópticas han venido a revolucionar la industria electrónica. Un disco óptico de 5.25 pulgadas reemplaza 400 discos magnéticos de 3.4 pulgadas requeridos para almacenar una base de datos de 600 Mb (17). Por tal motivo, actualmente existe mucha investigación sobre materiales y procedimientos alternativos que presenten efectos de memoria óptica. Como el método reportado por Hiroaki y Misawa para escribir información con un láser pulsado y crear un elemento de memoria óptica en tres dimensiones (3D), utilizando vidrios con diferente porcentaje de  $\text{SiO}_2$ , y con impurezas de  $\text{Na}_2$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ . Ellos reportan un método para generar una estructura tridimensional en forma de capas en las cuales se generan una serie de zonas bidimensionales, distribuidas en una matriz de vidrio, que presentan un índice de refracción diferente al resto de la matriz vítrea. La estructura se genera con ayuda de un láser de 532 nm con pulsos de picosegundos con densidades de energía entre 400 y 800 J/pulso/cm<sup>2</sup>. Otro método reportado, el cual consiste en controlar o modificar el índice de refracción en cristales de sílica o en cristales de cuarzo utiliza la irradiación láser con emisión en el ultravioleta que provoca fotodisociación de enlaces Si-O en la zona de irradiación, provocando variaciones en el índice de refracción respecto del resto de la matriz. Estos materiales pueden ser utilizados como sistemas de cambio de fase, guía de ondas, circuitos ópticos integrados, fibras ópticas y memorias ópticas de alta densidad (Sugioka, et al.) También existen reportes sobre memorias ópticas debido a transiciones de fase en películas de óxido de vanadio ( $\text{VO}_2$ ) sobre sustratos de silicio (Kastalsky et al.), en este caso el óxido de vanadio sufre una transición de fase de aislante a metal a una temperatura de  $T=68^\circ\text{C}$  aproximadamente, lo cual es acompañado de un significativo cambio en sus propiedades eléctricas y ópticas, uno de los cambios significativos que sufre el óxido de vanadio en la transición de fase es el cambio en su índice de refracción, en este caso se utiliza una capa sólida de aerogel como el material resistente al calor, y una película de  $\text{TaSi}_2$  como elemento de calentamiento para la película de  $\text{VO}_2$ .

Adicionalmente existen reportes sobre grabación óptica en monolitos obtenidos por el proceso sol-gel dopados con colorante orgánico naranja donde el grabado se realiza usando una radiación pulsada con una longitud de onda de 1064 nm con densidades de energía de 10 y 33 J/cm<sup>2</sup> por pulso, causando microgrietas en la zona irradiada (18). También se reportan métodos de escritura sobre varios cristales utilizando un láser

pulsado a 800 nm, donde la radiación produce cambios locales en el índice de refracción que pueden ser positivos o negativos dependiendo de la composición del cristal (19). Otros resultados sobre almacenamiento de información en memorias ópticas se pueden consultar en las siguientes referencias (20, 21, 22, 23), las cuales explotan las propiedades de luminiscencia, interferencia, absorción no lineal y emisión de estructuras moleculares dentro de una matriz de PMMA y luminiscencia fotoestimulada en óxidos de itrio dopados con tierras raras. Una diferencia sustancial entre los materiales que se reportan en esta patente (vidrios obtenidos por el proceso sol-gel) y los encontrados en la literatura, es que el efecto de memoria óptica puede inducirse sin necesidad de causar daños locales en el material, para lo cual las densidades de potencia necesarias para producir modificaciones en el índice de refracción en la zona irradiada son menores a las reportadas en la literatura, ya que en este caso se utiliza un láser continuo en el visible (488.8 nm) a diferencia de los láseres pulsados reportados en la literatura. Cabe mencionar que para propósitos de velocidad de grabación y lectura es apropiado utilizar láseres pulsados, lo que resaltamos de los materiales presentados en esta patente es que ellos requieren menores densidades de energía para propósitos de grabación al utilizar láseres pulsados.

#### **Breve descripción de las figuras.**

- Figura 1.** Se muestra la metodología a seguir para la obtención de los monolitos de  $\text{SiO}_2$ .
- Figura 2.** Se muestra la configuración experimental para la inducción del efecto de memoria óptica.
- Figura 3.** Se muestra el efecto de memoria óptica inducidos en los monolitos: A) Muestra el patrón de transmisión ( $T_i$ ) del láser de prueba observado antes del efecto, B) efecto de memoria óptica grabado en los monolitos, en este caso  $T_f < T_i$ , provocando una desfocalización del láser de prueba, C) efecto de memoria óptica donde  $T_f > T_i$ , provocando una focalización del láser de prueba.
- Figura 4.** Se muestran monolitos de  $\text{SiO}_2$  dopados con V (1 a 4), Mo (5 a 7), Mn (8 a 10) y Cr (11 a 13). Se observa la concentración en peso del metal a 0.25% (1), 0.375% (2), 0.435% (3), 0.5% (4), 0.3% (5 y 9), 0.45% (6), 0.6% (7 y 10), 0.15% (8), 0.04% (11), 0.08% (12) y 0.12% (13). La concentración de metal presente

en la matriz de  $\text{SiO}_2$  es menor al 1% en peso, lo cual proporciona monolitos semitransparentes.

**Figura 5.** Se muestra la rampa de secado utilizada en la obtención de monolitos de  $\text{SiO}_2$  con incorporación de Mn.

5

#### **Descripción detallada de la invención.**

El proceso de esta invención se divide básicamente en dos etapas: la primera etapa consiste en la obtención de los monolitos mediante el proceso sol-gel y la segunda etapa consiste en la inducción del efecto de memoria óptica en estos materiales mediante un arreglo óptico adecuado.

10

#### **Primera etapa.- Obtención de los monolitos mediante el proceso sol-gel.**

1. Se consideran los precursores adecuados para obtener la matriz de  $\text{SiO}_2$ , que en este caso particular son, agua destilada ( $\text{H}_2\text{O}$ ), tetraetilortosilicato o TEOS ( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ), y etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ).
2. En un vaso de precipitado se mezclan el TEOS y el etanol con un agitador magnético durante 15 minutos.
3. En otro vaso de precipitado se mezcla el agua destilada con una de las sales metálicas de Mn, Cr, V o partículas de óxidos en el caso del Mo, y se añaden pequeñas cantidades de ácido nítrico y ácido fluorhídrico como catalizadores para acelerar la reacción.
4. Después de 15 minutos se mezclan las soluciones mencionadas en los puntos 2 y 3 durante 40 minutos, para que se lleve a cabo el proceso de hidrólisis el sistema se hidrolice y se obtenga una mezcla homogénea.
5. Después de 40 minutos, se deposita la solución en un molde con la forma y tamaño deseado en particular se pueden utilizar celdas de poliestireno de 1 cm de ancho y 4.5 cm de alto. Las celdas son selladas para evitar la rápida salida de los solventes que pueden producir fracturas en los monolitos.
6. Las muestras así obtenidas, se mantienen en reposo durante tres días a temperatura ambiente, en este periodo las muestras polimerizan formando un gel (alcogel).
7. Una vez obtenidos los alcogeles, las muestras son llevadas a un horno para ser secadas en un proceso que dura de 7 a 10 días. El secado se hace de manera

25

30

gradual para evitar fracturas en los monolitos. Los rangos de temperatura usados para obtener estos monolitos son los siguientes, de 50°C a 120°C para obtener las muestras de SiO<sub>2</sub>-Mn, SiO<sub>2</sub>-V, SiO<sub>2</sub>-Mo y de 50 a 150°C para obtener las muestras de SiO<sub>2</sub>-Cr.

5

**Segunda etapa.- Inducción del efecto de memoria óptica.**

El efecto de memoria óptica es inducido utilizando un arreglo óptico adecuado con dos haces de luz láser como fuentes de radiación. En la fig.2 se muestra la configuración experimental. En esta configuración se utiliza un haz láser de alta intensidad llamado de excitación (Ar) y otro láser de baja intensidad llamado de prueba (He-Ne), los cuales  
10 tienen una distribución de intensidad Gausiana. Como se observa en la fig.2, en la cintura del láser de excitación se coloca la muestra lo cual se logra con la lente convergente 1, esto con la finalidad de tener la máxima intensidad del láser de excitación sobre la muestra. Por otra parte, se puede observar que la cintura del láser de prueba no queda  
15 sobre la muestra sino fuera de ella, esto se logra con la lente 2, esto debido a que nos interesa que el láser de prueba no produzca cambios en la muestra, sino que solo sirva para monitorear los cambios producidos sobre la muestra por el láser de excitación. Existe un detector que monitorea en el campo lejano, los cambios que sufre el láser de prueba al pasar por la zona radiada por el láser de excitación. De la figura 2,  $R_{pm}$  es el radio del láser  
20 de prueba en la muestra,  $R_p$  es el radio de la cintura del láser de prueba y  $R_e$  es el radio de la cintura del láser de excitación.

En los siguientes pasos se describe la inducción del efecto de memoria óptica en los monolitos.

1. La muestra es colocada en la cintura del láser de excitación, esto con la finalidad de  
25 tener la máxima intensidad del láser de excitación sobre la muestra.
2. Se hace incidir primero el láser de prueba (He-Ne) sobre la muestra y se monitorea la intensidad en la transmitancia al pasar por la muestra con ayuda de un fotodiodo y la señal se registra en un osciloscopio. A esta señal se le llama intensidad de la transmisión inicial  $T_0$ .
- 30 3. Se hace incidir el láser de excitación sobre la misma región del láser de prueba y se deja durante un minuto. Se observa en el osciloscopio que la intensidad en la transmisión del láser de prueba cae a cero, esto debido a que la energía absorbida del

láser de excitación por la muestra crea un gradiente de temperatura local que sigue el perfil gaussiano del láser, dando lugar a un gradiente del índice de refracción, lo cual provoca una desfocalización del láser de prueba (si  $dn/dT < 0$ ) y se observa como una disminución en la intensidad del centro del láser de prueba con respecto a su valor inicial, o una focalización (si  $dn/dT > 0$ ) lo cual se puede observar como un aumento en la intensidad de la parte central del haz, en la transmisión del láser de prueba con respecto a su valor inicial.

4. Al final del tiempo de procesamiento, se retiran ambos láseres, el de excitación y el de prueba, dejando un tiempo mayor a 5 minutos para que la muestra relaje completamente y estabilice.
5. Después del tiempo de estabilización, nuevamente se hace incidir el láser de prueba sobre la misma región de la muestra y se monitorea la intensidad en el centro del haz del láser después de pasar por la muestra (haz transmitido), a la señal detectada se le llama, intensidad en transmisión final  $T_f$ .
6. Se comparan las intensidades en transmisión  $T_i$  y  $T_f$ , resultando básicamente dos casos importantes:
  - a) Si  $T_f < T_i$ , es decir, la transmisión final no llega a su estado inicial después de que la muestra ha estabilizado. Esto significa que se creó un tipo de lente negativo en la muestra debido a la radiación del láser de excitación, lo cual hace que el láser de prueba diverja o se desfocalice observándose una zona oscura (en el área irradiada) con respecto al resto del material. Esto constituye el efecto de memoria óptica, debido a que existe un alto contraste en la transmitancia entre la zona procesada y una zona sin procesar. Este efecto de memoria óptica es permanente, en el conjunto de muestras propuestas.
  - b) Si  $T_f > T_i$ , significa que la transmisión final después de que la muestra estabilizó fue incrementada. Y esto se observa como un aumento de la intensidad respecto de la inicial del centro del haz del láser de prueba. En este caso se tiene una focalización del láser de prueba debido a un lente positivo formado en la muestra que hace que el láser de prueba converja o se focalice. Observándose una zona de alta intensidad en la transmisión comparada con el resto del material sin procesar.



La figura 3, muestra los tipos de patrones del haz transmitido inducidos en estos materiales, al igual que una imagen de la transmisión de una zona normal. Claramente se observa el contraste entre las zonas procesadas y la zona sin procesar.

La tabla 1, muestra los monolitos de SiO<sub>2</sub> obtenidos y las concentraciones en peso de los iones metálicos presentes en la matriz de SiO<sub>2</sub>.

**Tabla 1. Monolitos obtenidos mediante el proceso sol-gel y el correspondiente porcentaje de metal presente en la matriz de SiO<sub>2</sub>**

Precursor de los iones metálicos	Cantidad introducida a la matriz de SiO <sub>2</sub>	Monolitos de SiO <sub>2</sub> dopados con:	Porcentaje en peso de metal
Mn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0.05 ml	Mn	0.15
	0.1 ml		0.3
	0.2 ml		0.6
Cr(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·9H <sub>2</sub> O	0.025 gr	Cr	0.04
	0.05 gr		0.08
	0.075 gr		0.12
VCl <sub>3</sub>	0.0635 gr	V	0.25
	0.0957 gr		0.375
	0.1111 gr		0.435
	0.1278 gr		0.5
MoO <sub>3</sub>	0.037 gr	Mo	0.3
	0.0556 gr		0.45
	0.0741 gr		0.6

En la fig.4 se muestran fotos de los monolitos obtenidos utilizando el proceso sol-gel. Como se observa estos monolitos están libres de fracturas y son semitransparentes.

A continuación, se describe mediante dos ejemplos la forma de obtener los monolitos de SiO<sub>2</sub> dopados con Mn, Cr, V y Mo.

**Ejemplo 1.**

En este ejemplo se describe el proceso para obtener monolitos de  $\text{SiO}_2$  dopados con Mn y Cr. En un vaso de precipitado de 100 ml, que contiene un agitador magnético, se agregan 30.4 ml de tetraetilortosilicato (TEOS) y 31.2 ml de etanol, previamente medidos con una pipeta. En el vaso de precipitados se coloca un agitador magnético y se mantiene con agitación continua por 15 minutos a velocidad intermedia. En otro vaso de precipitado de 100 ml se añaden 38.4 ml de agua destilada, 0.2 ml de ácido fluorhídrico (HF) y 0.1 ml de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) ambos diluidos al 5%, por último se añade el nitrato de manganeso  $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$  (o el nitrato de cromo noahidratado  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), según la concentración del metal requerida para cada monolito (Ver Tabla 1). La relación molar de la solución ternaria TEOS : AGUA: ETANOL es de 1:16:4 respectivamente. Posteriormente se mezclan las soluciones de los dos vasos de precipitado y se agitan de manera continua por 45 minutos. De esta manera se obtiene la solución precursora. En seguida, la solución precursora se deposita en los moldes adecuados, en particular se pueden utilizar celdas espectrofotométricas de plástico (poliestireno) en cantidades de 3.4 ml, la celdas son tapadas para evitar la rápida volatilización de solventes y así evitar que se fracture el material. Una vez que la solución precursora se vierte en las celdas, se deja reposar durante 72 horas a temperatura ambiente, de esta manera se obtiene un gel. Este gel de  $\text{SiO}_2$  ya contiene iones de Mn (o Cr) en su matriz. Posteriormente, sigue el proceso de secado, el cual se hace de manera gradual y en forma controlada para evitar fracturas en un horno convencional, en un rango de temperatura de  $50^\circ\text{C}$  a  $120^\circ\text{C}$  para los monolitos dopados con Mn y de  $50^\circ\text{C}$  a  $150^\circ\text{C}$  para el caso de los monolitos dopados con Cr. Finalmente después del secado se obtienen los monolitos de  $\text{SiO}_2$  con iones Mn (o Cr) en su matriz.

En la figura 5 se muestra la rampa típica de secado utilizada en la obtención de monolitos de  $\text{SiO}_2$  con incorporación de Mn. Para las muestras con incorporación de Cr, Va, Mo, y colorantes orgánicos se sigue una rampa similar.

**Ejemplo 2.**

En este ejemplo se describe el proceso para obtener los monolitos de  $\text{SiO}_2$  dopados con V y Mo. En un vaso de precipitado de 100 ml, que contiene un agitador magnético, se agregan 30.4 ml de tetraetilortosilicato (TEOS) y 31.2 ml de etanol, previamente medidos

con una pipeta. El vaso de precipitados se colocó en un agitador magnético y se mantuvo con agitación continua por 15 minutos a velocidad intermedia. En otro vaso de precipitado de 150 ml se añaden 38.4 ml de agua destilada, 0.3 ml de ácido fluorhídrico (HF) y 0.1 ml de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) ambos diluidos al 5%, por último se añade el tricloruro de vanadio VCl<sub>3</sub> (o el trióxido de molibdeno (MoO<sub>3</sub>)), según la concentración del metal requerida para cada monolito (Ver Tabla 1). En el caso del MoO<sub>3</sub> la cantidad de HF es de 0.2 ml. La relación molar de la solución ternaria TEOS : AGUA: ETANOL es de 1:16:4 respectivamente. Posteriormente se mezclan las soluciones de los dos vasos de precipitado y se agitan de manera continua por 45 minutos. De esta manera obtenemos la solución precursora. En seguida, la solución precursora se vierte en celdas espectrofotométricas de plástico (poliestireno) en cantidades de 3.4 ml, las celdas son tapadas para evitar la rápida volatilización de solventes y así evitar que se fracture el material. Una vez en las celdas, se deja reposar el material durante 48 horas a temperatura ambiente la solución precursora, de esta manera se obtiene un gel. Este gel de SiO<sub>2</sub> ya contiene iones de V (o Mo) en su matriz. Posteriormente, sigue el proceso de secado, el cual se hace de manera gradual y en forma controlada en un horno convencional, en un rango de temperatura de 50°C a 120°C, siguiendo una rampa de secado similar a la mostrada en la figura 5. Finalmente después del secado se obtienen los monolitos de SiO<sub>2</sub> con metales V (o Mo) en la matriz de SiO<sub>2</sub>.

20

### Referencias citadas.

#### Patentes U.S.

5,694,249	10/12/1997	Hiroaki Misawa
6,432,278	13/08/2002	Sugioka, et al
25 6,329,748	11/12/2001	Kastalsky et al

#### Otras referencias.

1. S.S. Kistler, J. Phys. Chem., **36**, (1932), 52.
2. P.H. Tewari, A.J. Hunt and K.D. Loffus, Mater. Lett. **3**, (1985), 363.
3. T. Adachi and S. Sakka, J. Non-Cryst. Solids **99**, (1988), 118.
- 30 4. S.M. Wolfrum, J. Mater. Sci. Lett., **6**, (1987), 706.
5. J.D. Makenzie, J. Non-Cryst. Solids **48**, (1982) 1.
6. C.J. Brinker and G.W. Scherer, J. Non-Cryst. Solids **70**, (1985), 301.

7. B.E. Yoldas, *J. Mater. Sci.* **14**, (1979), 1843.
8. J.B. MacChesney, D.W. Johnson, Jr., S. Bhandarkar, M.P. Bohrer, J.W. Fleming, E.M. Monberg and D.J. Trevor, *J. Non-Cryst. Solids* **226**, (1998), 232.
9. E.M. Rabinovich, *Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers Preforms, Electronic and Specialty Shapes* (Noyes, Park Ridge, NJ, 1988), 260
10. R.J.P. Corriu, J.J.E. Moreau, P. Thepot, M. Wong Chi Man, C. Chorro, J-P Leré-Porte, and J-L Sauvajol, *Chem. Mater.* **6**, (1994), 640.
11. Ce. Wang, Yahong Zhang, Yunfeng Lu., *J. Mater. Res.*, **14**, No. 10, (1999), 4098.
12. C. J. Brinker, G.W. Scherer, *Sol-Gel Science, The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, Inc, 1990.
13. Alain C. Pierre, *Introduction to sol-gel processing*, Kluwer Academic Publishers, 1998.
14. J.O. Martínez-Flores, J.M. Yañez-Limón, F.J. Espinoza-Beltran and J. Gonzalez-Hernandez, *Rev. Sci.Instrum.*, **74**, No.1, (2003) 814.
15. O. Gómez-Guzmán et al., *J. If Physique IV*, 125, (2005) 209-212.
16. O. Gómez-Guzmán, et al., *J. of Non Crystalline of Solids* **352** (2006)pp. 3437-3443.
17. Sai K. Renukunta and David H. Wells, *IEEE Potentials*, Oct./Nov. (1994), 14.
18. J.A. Reyes-Esqueda, et al., *Optics Communications*, **220**, (2003) 59-66.
19. D. Ehrt, et al. *J. Non-Cryst. Solids*, **345**, (2004) 332-337.
20. A. Kurita, et al., *Journal of Luminescence*, **98**, (2002) 325-329.
21. M. Esselbach, et al., *Optics & Laser Technology*. **31**, (1999) 579-582.
22. A.S. Dvornikov, et al., *Optics Communications* **128**, (1996) 205-210.
23. Vasyl G. Kravets, *Optical Materials* **16**, (2001) 369-375.

**Reivindicaciones.**

1. Monolitos de  $\text{SiO}_2$  obtenidos mediante el proceso Sol-Gel con propiedades de memoria óptica. La metodología para producir este tipo de monolitos con la incorporación de metales de transición por medio de la adición apropiada de sales y óxidos de estos metales. En la obtención de estos xerogeles (monolitos) con estas propiedades, es de gran importancia el proceso de secado, que involucra solamente un proceso térmico gradual a temperaturas bajas en equipos convencionales y tiempos reducidos de preparación, sin la participación de aditivos o restricciones de procesamiento.
2. Monolitos de  $\text{SiO}_2$  obtenidos mediante el proceso Sol-Gel con propiedades de memoria óptica, los cuales son materiales estables semitransparentes, cuyo contraste en la transmisión de la luz visible entre zonas procesadas y zonas sin procesamiento, se induce mediante la incidencia de radiación láser visible con bajas potencias en un rango de 1 a 48 mW en un área de aproximadamente de 40 micras de radio, la cual puede disminuirse con una óptica apropiada, incrementando la densidad de grabación. El material funciona como una memoria lógica, donde los unos y ceros se identifican con los niveles de transmisión entre las zonas procesadas y las zonas normales del  $\text{SiO}_2$ . Para la inducción permanente de este efecto en el material se requiere de la introducción apropiada y en concentraciones óptimas de los metales de transición.

25

30

**Resumen.**

En esta patente se describe una ruta apropiada en la síntesis de monolitos de  $\text{SiO}_2$  dopados con metales de transición obtenidos mediante el proceso sol-gel. En los cuales es posible inducir un alto contraste en la trasmisión a la radiación visible. Este contraste  
5 entre zonas procesadas y zonas normales con radios en torno de 40 micras se induce mediante la focalización de radiación láser con bajas potencias de incidencia, en el rango de 1 a 48 mW. El contraste en la transmisión generada implica un efecto de memoria óptica el cual puede utilizarse como principio de almacenamiento de información cuya densidad de almacenamiento puede incrementarse con una óptica microscópica  
10 convencional en el tipo de monolitos de  $\text{SiO}_2$  que se reportan en esta patente.

15

20

25

30

FIGURA 1

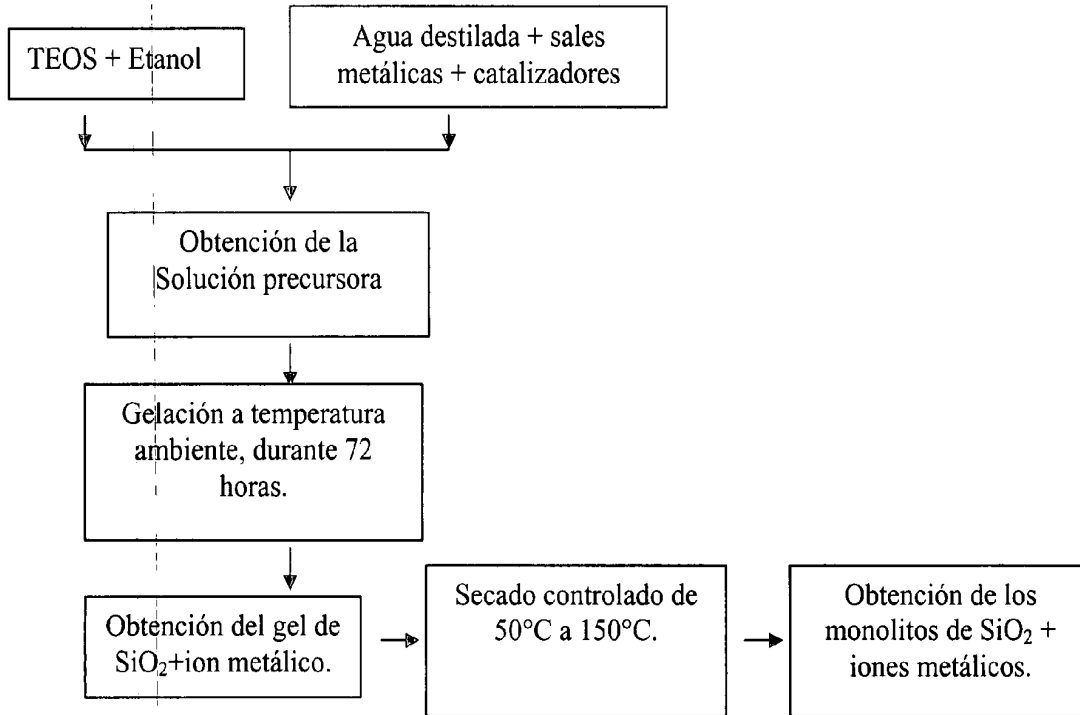


FIGURA 2

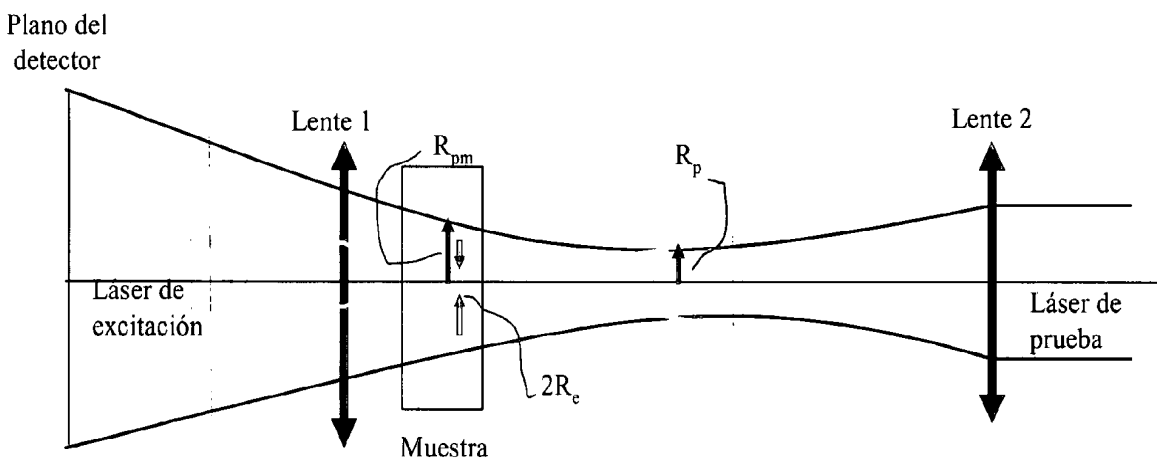
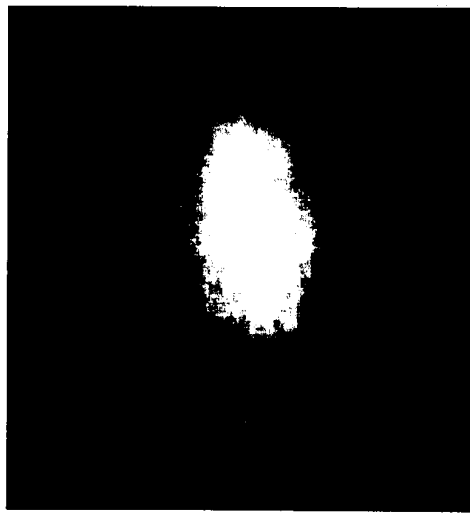


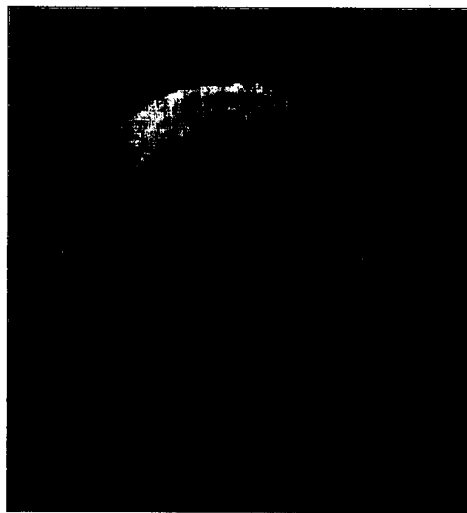
FIGURA 3

A



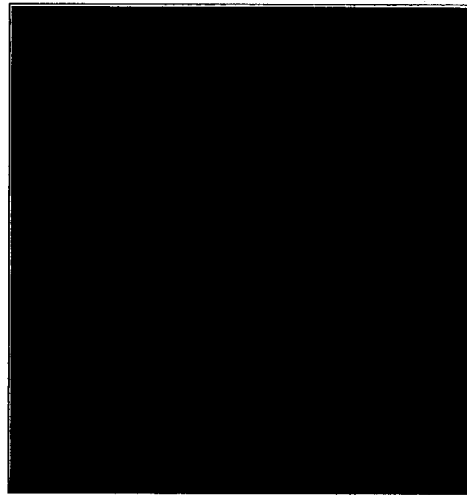
T<sub>r</sub>

B



T<sub>r</sub>

C



T<sub>r</sub>



FIGURA 4

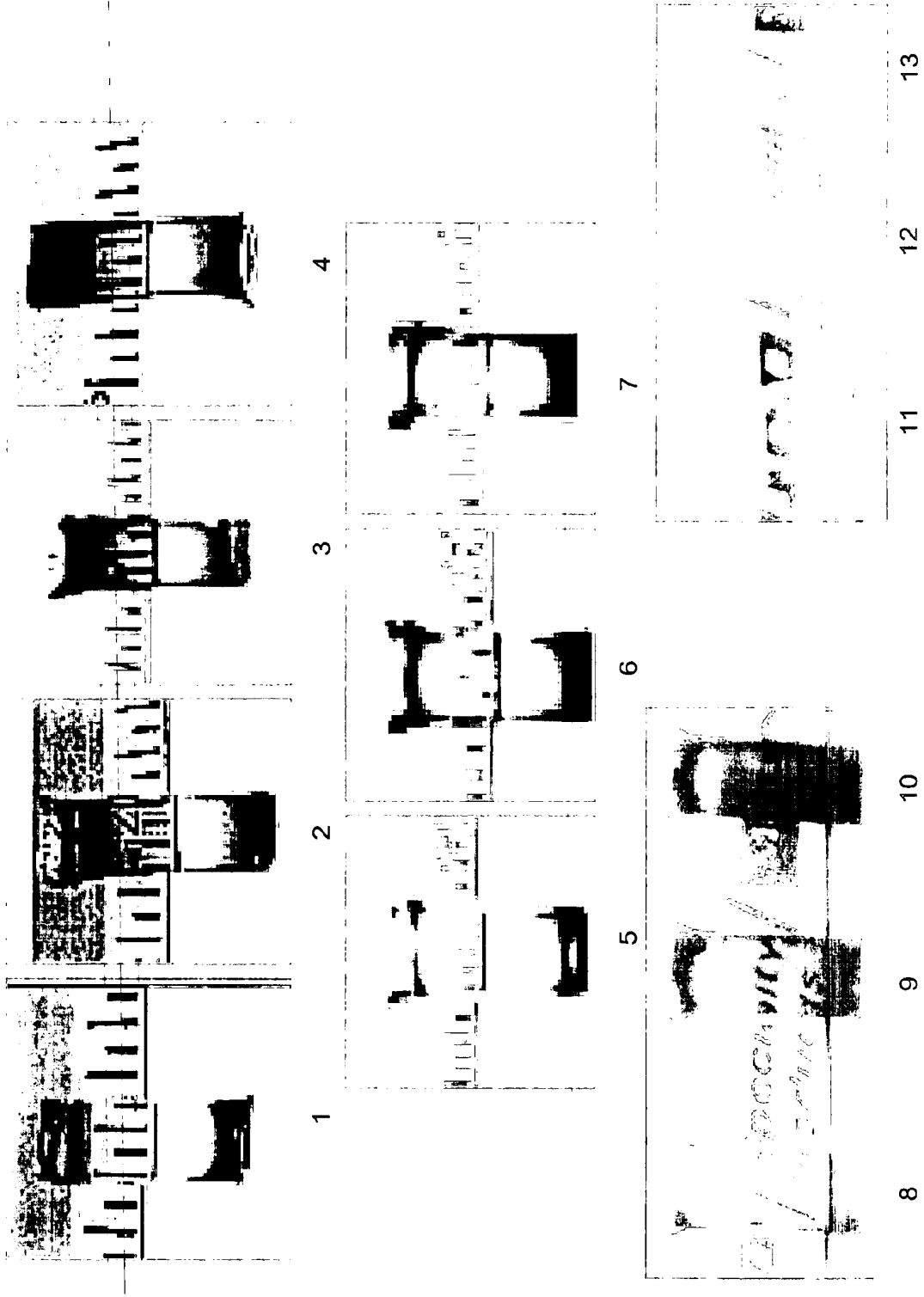


FIGURA 5

