



**Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en
Electroquímica,**

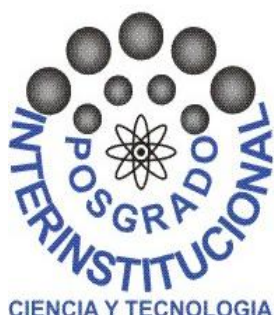
Posgrado Interinstitucional en Ciencia y Tecnología

**Desarrollo de espejos con recubrimiento para
intemperie en aplicaciones de concentración solar**

**T E S I S
PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
MAESTRO EN INGENIERÍA
AMBIENTAL**

**P R E S E N T A:
HÉCTOR MOTE MEDÉCIGO**

**DIRECTOR DE TESIS:
DR. JOSÉ DE JESÚS PÉREZ BUENO
2019**



Se agradece a:

CONACYT por el patrocinio a través-*The National Laboratory of Graphenic Materials* No. 293371.

SENER a través del proyecto No. 002/2017-PRODETES-PLATA. Proyecto Sectorial CONACYT-SENER, CEMIE-Sol No. 207450 (CIDETEQ PPA033). Título: Materiales selectivos y reflejantes para sistemas de conversión de energía solar en energía térmica.

CONACYT por otorgarme una beca, durante mi posgrado.

CIDETEQ, por brindarme la oportunidad de ser parte de su comunidad estudiantil.

Dr. José de Jesús Pérez Bueno, mi director de tesis, por su invaluable apoyo durante mi periodo como estudiante de posgrado.

M. C. Federico Manríquez Guerrero por su apoyo para el acceso a instalaciones y equipos.

Mi compañera M.C. Coraquetzali Magdaleno López, por su apoyo en el uso de equipos.

*At mis padres,
por su incondicional
apoyo y confianza*

Índice

Resumen.....	1
Abstract	2
Introducción	3
Justificación	5
Hipótesis	6
Objetivo general:.....	6
Objetivos específicos:	6
Capítulo	8
1 Antecedentes	8
1.1 Concentradores solares.....	8
1.1.1 Tipos de concentradores solares.	8
1.2 Proceso de Depósito Químico Dinámico	11
1.3 Recubrimientos de Protección	13
1.4 Estado del Arte	14
Capítulo 2	23
2 Materiales y Equipos	23
2.1 Estación de metalización JET METAL.....	23
2.2 Equipo de seguridad personal.....	24
2.3 Reactivos utilizados para la Metalización sobre el sustrato.	25
2.4 Metalización por el método de Depósito Químico Dinámico	25
2.5 Recubrimientos de protección	31
Capítulo 3.....	34
3 Resultados y discusión.....	34
3.1 Determinación de la composición química por EDS	34
3.2 Homogeneidad de las superficies metalizadas	37
3.3 Adherencia	40
3.3.1 Ensayo de desprendimiento <i>Pull-off</i>	45
3.3.2 Métodos de prueba estándar para evaluar la adherencia mediante prueba de cinta scotch.....	48
3.3.3 Espectrometría de fotoelectrones inducidos por rayos X (XPS).....	52
3.4 Espesor de los recubrimientos	56
3.5 Recubrimientos de protección	58
Conclusiones.....	59

Perspectivas.....	61
Prototipos.....	61

Lista de Figuras.

Figura 1. Captación de energía solar por Torre con campo de espejos o heliostatos [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].	8
Figura 2. Captación de energía solar por Disco Stirling [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].	9
Figura 3. Captación de energía solar por sistema cilindro-parabólico [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].	9
Figura 4. Captación de energía solar por sistema Fresnel [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].	10
Figura 5. Representación del proceso DCP sobre un polímero [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].	12
Figura 6. Estación de Espray JET METAL y Flaming encendido automático.	23
Figura 7. Equipo de seguridad personal	24
Figura 8. Espejo sobre sustrato de vidrio de 1.4 m ²	28
Figura 9. Muestras espejos sobre sustrato de vidrio, en la primera a la izquierda la muestra 3, 2, 1 y a la derecha la muestra 2, 1, 4.	30
Figura 10. Plasmateat: cañón plasma-clean (izquierda) y cañón plasma-plus (derecha).....	31
Figura 11. Muestra de espejo, sobre sustrato vidrio con 2-3 capas de aplicación de óxido de silicio por plasma polimerización.	32
Figura 12. Muestras de espejo, en sustrato de policarbonato transparente con varias aplicaciones de óxido de silicio por plasma polimerización.	32
Figura 13. Gráfica de EDS de la muestra de depósito de plata en PC.	35
Figura 14. Nucleación de los átomos de plata sobre estaño en el proceso DCP.	36
Figura 15. Imagen de microscopio óptico digital de la apariencia de la capa de plata sobre vidrio (6 capas) y corte longitudinal.	37
Figura 16. Imagen de microscopio electrónico de barrido de la apariencia de la capa de plata sobre policarbonato transparente (16 capas) y un corte longitudinal.	38
Figura 17. Imagen de microscopio electrónico de barrido de la apariencia de la capa de plata sobre policarbonato celular (16 capas) y un corte de longitudinal.	39
Figura 18. Imagen de microscopio electrónico de barrido de la apariencia de la capa de plata sobre policarbonato celular (16 capas) y un corte de longitudinal.	39
Figura 19. Nueve muestras sin recubrimiento vidrio, policarbonato transparente y policarbonato celular (izquierda), nueve muestras con los mismos sustratos metalizados con plata (derecha). 41	
Figura 20. Comparativo de ángulo de contacto θ y energía de superficie γ mN/m de sustratos de vidrio, policarbonato transparente y policarbonato celular, sin metalizar.	42
Figura 21. Comparativo de ángulo de contacto θ y energía de superficie γ mN/m de metalizado de plata sobre sustratos de vidrio, policarbonato y celular.	43
Figura 22. Resultado del ensayo de desprendimiento de las tres muestras metalizadas con plata sobre: policarbonato transparente, policarbonato celular y vidrio.	46

Figura 23. Imagen de microscopio digital VHX-5000, del desprendimiento Pull-off, para la muestra de policarbonato transparente metalizado con plata con 6.1% de porcentaje de desprendimiento.	47
Figura 24. Imagen del microscopio óptico digital VHX-5000, del desprendimiento Pull-off, para la muestra de policarbonato celular metalizado con plata, en un porcentaje del 37.6 %.	47
Figura 25. Rayado de muestra de policarbonato metalizada con plata y misma muestra con la cinta adhesiva colocada (arriba), muestras con patrón de desprendimiento, vidrio policarbonato transparente y policarbonato celular (abajo de izquierda a derecha).	49
Figura 26. Patrón de referencia para desprendimiento, según la ASTM D 3359-17(https://www.astm.org/Standards/D3359.html , consultada 17/06/19).	50
Figura 27. Patrón de desprendimiento observado por una lupa de las 3 muestras propuestas. Orden: vidrio-policarbonato transparente-policarbonato celular.	50
Figura 28. Patrón de desprendimiento utilizando ensamble y coloración en las 3 muestras propuestas. Orden: (a)vidrio, (b)policarbonato transparente, (c)policarbonato celular.	51
Figura 31. Muestra de sustrato de vidrio con metalizado de plata y recubrimiento protector de PVA, destinada a ser fragmentada.	52
Figura 32. Grafica generada por XPS, donde se muestran las especies encontradas en la interfaz plata-vidrio.	53
Figura 33. Gráfico de la superficie analizada con XPS para Carbono orgánico.	54
Figura 34. Gráfico de referencia XPS para Carbono orgánico.	54
Figura 35. Gráfico de la superficie analizada con XPS para Oxígeno.	55
Figura 36. Gráfico de referencia XPS para Oxígeno.	55
Figura 29. Perfilómetro mecánico Dektak 6M Stylus Profiler, asistido con software y un ordenador.	56
Figura 30(a) (izquierda) Grafica en Origin , a partir de los datos obtenidos del software del Dektak 6M y) y Figura 30(b) (derecha). Ampliación de la gráfica en la zona del salto donde se topa con el borde la capa de plata, muestra de vidrio, metalizadas con plata (6 capas) (derecha).	57
Figura 37. Montaje del concentrador de canal parabólico, utilizando un espejo plano flexible de segunda superficie, en sustrato de policarbonato transparente de 1.5 mm espesor.	61
Figura 38. Propuesta inicial de una base de soporte modular para sostener y mantener la forma de un CPC, con un espejo plano semiflexible en sustrato de policarbonato celular de 6 mm de espesor.	62
Figura 39. Parábola recreada en Geogebra , con la relación de longitud/ foco de 4.59.	63

Lista de Tablas

Tabla 1. Comparativo del proceso Deposito Químico Dinámico en CIDETEQ vs Proceso de Recubrimiento Electro catalítico.	16
Tabla 2. Variaciones de la formulación del Reductor.	30
Tabla 3. Composición química obtenida por EDS instalado en un equipo SEM.	34
Tabla 4. Resultados del ensayo de desprendimiento, con Positest At-A.	46
Tabla 5. Comparativo de resultados pruebas ASTM y Microscopio óptico digital.	51

Resumen

Nuestra propuesta se basa en el desarrollo de espejos de primera superficie para aplicaciones de concentración solar, empleando el menor número de capas: sustrato, capa especular y recubrimiento de protección. Se establecieron los procesos para fabricar un espejo de tres capas: primera capa, sustrato de vidrio y policarbonato, previamente preparados, segunda capa, el metalizado especular de plata, aplicada por la técnica de depósito químico dinámico (DCP) y la tercera capa, un recubrimiento de protección aplicado sobre la superficie especular con dos opciones, óxido de silicio depositado por plasma y poliuretano base solvente por vía neumática, contra el intemperismo. Adicionalmente en los espejos con sustrato de vidrio se les depositó una capa de poliurea por la parte posterior del vidrio para mejorar su integridad y resistencia mecánica. Estos espejos serán caracterizados principalmente en propiedades como la adherencia obteniendo un valor de 2.65 MPa, según pruebas estandarizadas ASTM. En cuanto a la homogeneidad de la capa especular de plata, fue visualizada con un microscopio óptico digital siendo continua y fue detectada su composición por las técnicas SEM y EDS, se midió el espesor de la capa especular de una muestra de sustrato de vidrio con un valor aproximado de 60 nanómetros, obtenido por un perfilómetro mecánico.

De los tres tipos de sustratos: vidrio convencional, policarbonato transparente y policarbonato celular. El mejor resultado de adherencia que se obtuvo, fue la muestra de policarbonato transparente con 12.08 MPa y la de menor adherencia, la de sustrato de vidrio con 2.65 MPa Esta prueba fue complementada con la visualización y cuantificación del porcentaje de desprendimiento bajo el microscopio óptico digital que complementan su cuantificación. La muestra con sustrato de vidrio se analizó con la técnica XPS, para detectar las características de los grupos funcionales de la interface, detectando plata, oxígeno y carbono de origen orgánico, este último relacionado directamente con el nivel adherencia en la literatura científica al respecto. Así mismo se obtuvieron resultados diversos y diferentes a lo esperado, en la aplicación del recubrimiento de protección de óxido de silicio, aplicado por el proceso de plasma polimerización, en todas las muestras se percibe modificación sensiblemente de la reflectancia, cambiando el color de la capa especular, hasta obscurecerse y en algunos casos más extremos modificando las características del sustrato.

Palabras clave: espejos, depósito químico dinámico (DCP), sustrato, capa especular.

Abstract

Our proposal is based in to the use of less number of layers in mirrors for solar concentration. The main idea is the Manufacture of mirror of 3 layers: the first layer, substrate, previously treated, the second, a specular silver layer by process Dynamic Chemical Plating (DCP), the third, coating layers of silicon oxide applied by plasma polymerization or polyurethane. In addition a polymer coating on the back of the glass substrate, this gives it mechanical integrity and protection. The manufactured mirrors will be made mainly in qualities like adhesion of the glass-silver interface, with mechanical tests provided in the ASTM. The homogeneity of the specular layer was visualized like a continuous surface, by DRX and SEM, assisted by EDS and visualized under a optical digital microscope VHX-5000. The thickness was measured by Mechanical profilometer, only in the mirror on a glass substrate (six caps), due to its flatness, with a value around of 60 nm. For adherence, three types of substrates in mirrors were tested: in glass, transparent polycarbonate and cellular polycarbonate, giving better adherence results the transparent polycarbonate, followed by the cellular polycarbonate and finally the glass substrate value of 2.65 MPa, like traction force for separating silver metallic layer. This result was visualized at the molecular level supported by XPS, detecting silver, oxygen, chlorine, and organic carbon this last which according to the scientific literature may be associatated with the adherence.

The results obtained were encouraging as regards the variety of substrates that can be used in rigid and flexible mirrors, with results different from those expected with silicon coating that modified the reflection of the mirrors by color changes in all samples, Hypothesis was fulfilled, as the adhesion values were greater than 2.5 MPa, even with the presence of organic carbon in the interface.

Keywords: mirrors, substrate, specular silver layer, dynamic chemical plating (DCP)

Introducción

La energía solar térmica es una alternativa viable y de creciente aplicación ante la inminente escasez mundial de los energéticos de origen fósil. Los espejos son parte esencial y representan más del cincuenta por ciento del costo de los concentradores térmicos solares. Existen en el mercado diferentes tipos de espejos rígidos y flexibles que se componen de varias capas, incluyendo: al sustrato, capa especular, adhesivos y recubrimientos.

Se propone desarrollar espejos de primera superficie de tres capas para aplicaciones de concentración solar. La primera capa, el sustrato sobre del cual se aplica la segunda capa, el metalizado de plata y la tercera, un recubrimiento de protección. Los sustratos propuestos son vidrio, policarbonato transparente y policarbonato celular; la superficie especular será plata aplicada por el método de depósito químico dinámico (DCP), que se basa en la reducción controlada de un catión de plata por electrones y por último sobre la superficie especular se ensayaran dos recubrimientos de protección contra la intemperie, uno de óxido de silicio aplicado por plasma polimerización y el otro poliuretano base solvente por vía neumática. Se establecieron los procesos para fabricar un espejo de tres capas: de vidrio y policarbonato, previamente preparados, segunda capa, el metalizado especular de plata, aplicada por la técnica de depósito químico dinámico (DCP) y la tercera capa, un recubrimiento de protección aplicado sobre la superficie especular con dos opciones, óxido de silicio depositado por plasma y poliuretano base solvente por vía neumática, contra el intemperismo.

Es importante conocer el desempeño y las características de las diferentes etapas en los espejos desarrollados, utilizando las técnicas y equipos que posee el Centro. Nos basaremos en normalización estandarizada e interpretaremos los datos obtenidos contrastando con la literatura científica reciente, resaltando la adherencia de la interfaz sustrato-plata, su homogeneidad y espesor, así mismo los resultados de los recubrimientos de protección.

Fueron ensayados en los espejos, tres tipos de sustratos: a) vidrio convencional de 4mm de espesor, b) policarbonato transparente de 1.5 mm de espesor y c) policarbonato celular traslúcido de 6 mm de espesor. El mejor resultado de adherencia en los ensayos de tracción mecánica por *Pull-off*, fue la muestra (b) con más de 12.08 MPa, límite superior del equipo, seguido por la muestra (c) con 11.65MPa, por último, la muestra (a) 2.65 MPa. Esta prueba fue complementada con la visualización y cuantificación del porcentaje de desprendimiento bajo el microscopio óptico digital relacionadas con las pruebas mecánicas que hasta ahora solo eran semi-cuantitativas. Para redondear este resultado se analizó la muestra de la capa especular directamente en contacto con el sustrato de vidrio apoyándonos por la técnica XPS, al detectar la

presencia de plata, cloro, oxígeno y carbono de origen orgánico. Este carbono orgánico en los grupos funcionales de la interfaz vidrio-carbono, de acuerdo con la literatura científica, se asocia con una menor adherencia. Sin embargo, la adherencia fue cuantificada 2.65 MPa, contra 2.8-3.2 MPa reportados por otros métodos menos asequibles.

Así mismo al ensayar los recubrimientos de protección en los espejos con todos los sustrato, se obtuvieron resultados diversos y diferentes a los esperados, en todos los casos en la aplicación del recubrimiento protector de óxido de silicio por plasma polimerización, se modifican sensiblemente la transparencia o el color de la capa especular y en el caso de los policarbonatos, modificando las características del sustrato. El mejor resultado se obtuvo con la aplicación de poliuretano base solvente directamente sobre la capa especular de cualquiera de los sustratos.

Esto nos confirma que el método DCP empleado en CIDETEQ, cumple con las expectativas y el presente trabajo contribuyó al establecer de las bases del proceso automatizado para la fabricación de espejos para concentración solar.

Justificación

Nos encontramos en el preludio de la escasez de los hidrocarburos como fuentes principales de producción de energía, por lo que sería irresponsable no buscar opciones más sustentables y que sean sostenibles para la generación de energía.

Esta propuesta se basa en esa responsabilidad que todos debemos tener para con nuestro planeta. La energía solar térmica es la energía del presente y futuro, razón por la cual el desarrollo de espejos, que serán utilizados para la conversión de la radiación solar a otros tipos de energía, es importante para abastecer las necesidades actuales.

Estos espejos, pueden ser instalados en plantas de torre central, como parte esencial de los heliostatos, en concentradores Fresnel, canales parabólicos, donde concentren en un área focal y todo el conjunto puede ser asistido por sistemas de posicionamiento detecten la radiación solar.

El desempeño que deben tener los espejos, se basa en el tipo de sustrato, el método de metalización y en los recubrimientos de protección, que se incorporan para exponer el espejo a la intemperie. Los sustratos propuestos son rígidos y flexibles; en el caso del vidrio y policarbonatos, respectivamente.

Planteamos la posibilidad de fabricar un espejo de buen desempeño, de bajo costo con el objetivo de desarrollar espejos de primera superficie bajo el diseño de tres capas: sustrato/plata/recubrimiento de protección, estudiando especialmente la interface sustrato-plata, ya que la falla en esta zona afecta la eficiencia del espejo. En CIDETEQ contamos con el método DCP para la metalización de espejos que nos permitió desarrollar este trabajo, para en un futuro poder evaluar el desempeño de estos espejos, en prototipos de concentradores Fresnel y canal parabólico.

Hipótesis

Un diseño de espejo de primera superficie para concentradores solares, metalizado por DCP, de tres capas sustrato/plata/recubrimiento de protección tendrá una adherencia en la interface vidrio-plata superior a 2.5MPa.

Objetivo general:

Desarrollar espejos de primera superficie en un diseño de tres capas que consta de sustrato/plata/recubrimiento de protección por metalizado con DCP, para concentración solar con especial énfasis en la interacción de la interface sustrato/plata.

Objetivos específicos:

- Aplicar el método de depósito químico dinámico para metalizar en pequeñas muestras en sustrato de vidrio.
- Desarrollar un prototipo de espejo de primera superficie de tres capas sustrato-plata-recubrimiento de protección de hasta 10 x 15 cm.
- Caracterizar y evaluar propiedades tales como espesor y homogeneidad en los espejos planos metalizados por DCP.
- Evaluar la adherencia en la interface entre el sustrato y la capa de metalizado.
- Determinar los parámetros para el proceso de metalizado y para el de capa de protección con plasma tales como velocidad de barrido, flujo, separación y traslape entre líneas de depósito, número de aplicaciones por línea, espesor, aplicaciones en vertical, horizontal o intercalado.

Capítulo 1

Antecedentes

Capítulo

1 Antecedentes

1.1 Concentradores solares.

Los concentradores solares de energía son un tipo de dispositivos que transforman la energía de la radiación solar en energía térmica que es transportada mediante un fluido de trabajo. En los concentradores solares la energía proveniente del Sol se concentra en un dispositivo receptor donde dicha energía se absorbe en la superficie y se transforma en calor por conducción. Este calor es removido por un fluido (normalmente aire, agua o aceite) que fluye a través del receptor (Monreal, 2007). La clasificación de colectores solares también puede realizarse en dos categorías: los que tienen sistema de concentración y los que carecen de éste. En un colector no concentrador con seguimiento aparente del Sol el área de apertura del colector es igual al área de recepción, mientras que en un colector concentrador con seguimiento solar el área de apertura es más grande que el área de recepción. En los colectores concentradores se usan dispositivos que reflejan o refractan la luz hacia el área del receptor más pequeña, es decir, la energía solar se concentra teniendo una mayor densidad de flujo radiativo por unidad de área (Barlev, et al, 2011).

1.1.1 Tipos de concentradores solares.

Actualmente existen cuatro sistemas de captación y concentración: Torres centrales, Disco Stirling o parabólico, Canal Parabólico y concentradores tipo Fresnel.

a) Torres Centrales: consiste en un campo de heliostatos formados por espejos planos, que se orientan, concentrando la radiación solar en una torre donde se ubica un receptor (Fig. 1).

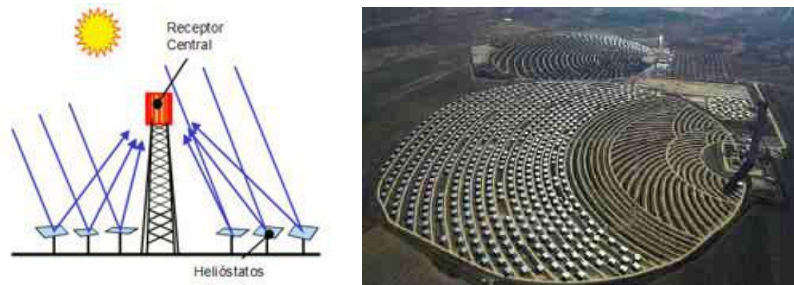


Figura 1. Captación de energía solar por Torre con campo de espejos o heliostatos [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].

b) Disco Stirling o plato parabólico: consisten en un espejo con forma de antena parabólica que concentra toda la radiación en un punto donde se coloca un receptor/motor (Fig. 2).



Figura 2. Captación de energía solar por Disco Stirling [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].

c) Canal Parabólico: es el sistema más utilizado actualmente, consiste en una serie de espejos con forma de un media caña o canal con geometría parabólica (en algunos casos circular), y que por encima de ellos (en la línea focal) se encuentra colocada la tubería con el fluido transportador de calor, la función de los espejos es concentrar la máxima energía posible en los tubos (Fig. 3).

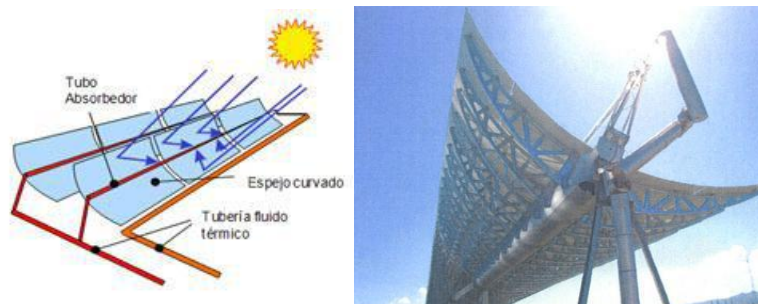


Figura 3. Captación de energía solar por sistema cilindro-parabólico [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].

d) Concentrador Fresnel reflectivo: en este sistema los espejos son planos y están colocados en el mismo plano horizontal, van girando a lo largo del día o periódicamente según su orientación para ir reflejando los rayos solares sobre la línea focal donde pasa el tubo con el fluido calor-transportador (Fig. 4).

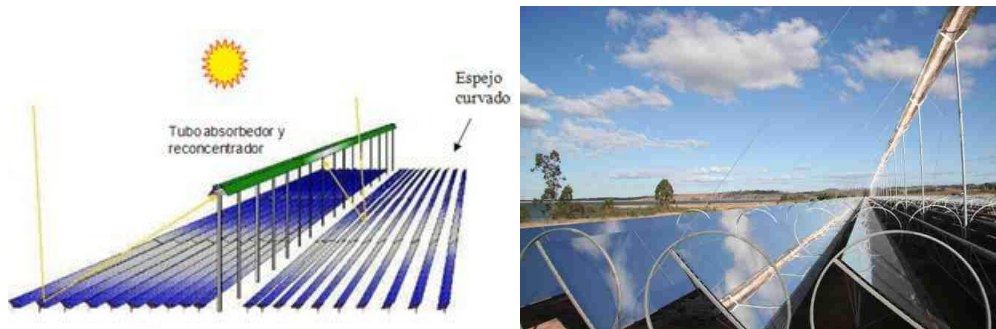


Figura 4. Captación de energía solar por sistema Fresnel [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].

Otra clasificación de captadores y concentradores solares se basa en la temperatura que se puede obtener con el uso de cada uno de ellos, especialmente por la necesidad de la cantidad de calor para los procesos.

Los sistemas de baja temperatura (menor a 90°C), captan de la energía solar por medio de unos colectores solares. La energía solar térmica de baja temperatura, se emplea básicamente para: Producción de agua caliente sanitaria, Calefacción de edificios, Refrigeración de edificios, Calentamiento de piscinas y Procesos industriales. Los sistemas a media temperatura (90-200°C), se utilizan espejos y lentes Fresnel, concentradores solares, para concentrarla radiación solar sobre una superficie mucho menor que la de los espejos planos. La concentración de la radiación solar sobre superficies reducidas produce una mayor temperatura y, en definitiva, mayor energía calorífica. Los sistemas a altas temperaturas (>200°C) Se utilizan grupos de espejos, para formar los helióstatos con esto se consiguen mayor tamaño y concentrar aún más la radiación. Un concentrador es, por tanto, un reflector, o componente de tecnología solar, que refleja la luz del sol que viene de un concentrador primario sobre el punto o línea focal (Fernández-García et al., 2014).

Los reflectores para aplicaciones de energía solar deben cumplir una serie de requisitos (Brogren, Helgesson, Karlsson, Nilsson, & Roos, 2004):

- Deben reflejar tanto como sea posible la radiación solar incidente útil en los absorbentes térmicos solares.
- El material reflector y su estructura de apoyo debe ser de bajo costo en comparación con las celdas solares o absorbentes térmicos sobre la que el reflector concentra la radiación.
- La alta reflectancia debe mantenerse durante toda la vida útil del receptor, que es a menudo más de 20 años.
- Si es necesario, la limpieza, la superficie debe limpiarse fácilmente sin dañar sus propiedades ópticas y el mantenimiento no debe ser costoso.

- La construcción debe ser mecánicamente fuerte para resistir vientos fuertes, tormentas de nieve, vibraciones, etc.
- El reflector de preferencia debe ser ligero y fácil de montar.
- El material reflector debe ser amigable con el medio ambiente y no debe contener compuestos peligrosos.
- El aspecto visual del reflector debe ser estético, ya que los concentradores solares a menudo son grandes y deben colocarse completamente visible en los espacios abiertos.

Los sustratos pueden ser de varios tipos y deben ser considerados como una capa en la conformación del espejo. Pueden ser de vidrio, metal o polímeros.

El vidrio es una sustancia dura y brillante, compuesta de silicatos y álcalis fusionados a altas temperaturas. Posee propiedades ópticas ya que la luz que incide en el vidrio parte es refractada, absorbida y transmitida, que se conservan al paso del tiempo. Sus propiedades mecánicas se mencionan a continuación:

- Ablandamiento: El vidrio se ablanda aproximadamente a los 730°C.
- Dureza. Es de 470 HK.
- Resistencia a la compresión. Oscila entre 800-100 MPa (mega pascal)
- Elasticidad del vidrio. Hace referencia al alargamiento elástico de una barra delgada de vidrio y cuán resistente es ésta barra. Se ha demostrado que el vidrio posee una resistencia a la elasticidad de 70.000 MPa.
- Resistencia a la flexión. Mide la resistencia durante la deformación del vidrio. Según ensayos se ha determinado que dicho material tiene una resistencia a la flexión de 45 MPa.

Se cuenta con la experiencia de haber utilizado policarbonatos, como sustratos en el desarrollo de espejos de segunda superficie, que fueron destinados a la formación de heliostatos para el campo experimental de la UAQ en Juriquilla, Querétaro.

1.2 Proceso de Depósito Químico Dinámico

En lo que se refiere a la película especular, existen varios métodos para formarla sobre sustratos no conductores, entre ellas Electroless que aún es de gran uso industrialmente, sin embargo existe un método más simple para metalizado, se desarrolló en 1997 y lleva el nombre de depósito químico dinámico (**D**ynamic **C**hemical **P**lating por sus siglas en ingles), que permite iniciar el depósito metálico, después de un desengrasado y un eventual acondicionamiento de la superficie (Ghanem, 2003)(Lyon, 2003).

Como todas las técnicas de depósito por la vía húmeda, el principio general del procedimiento de depósito químico dinámico, consiste en la reducción controlada de un catión metálico por electrones. Con la asistencia de un aplicador de aire comprimido de doble alimentación, se proyectan dos sustancias, que se mezclan y reaccionan en el aire y cubren el sustrato a metalizar. Una de estas sustancias contiene sales del metal que se desea obtener como plata u algún otro como cobre o níquel, y la otra contiene la reserva de electrones en forma de reductor (Stremsdoefer, G, Fares K.A. 1997).

Con la asistencia de un aplicador neumático de doble alimentación y un tubo de aire comprimido se proyectan 2 sustancias, mezclan e impactan el sustrato a metalizar. Una de estas sustancias contiene sales metálicas de cobre, níquel o plata y la otra contiene la reserva de electrones en forma de reductor (G. Stremsdoefer, F. Ghanem. 1998, 2003) (Figura 5).

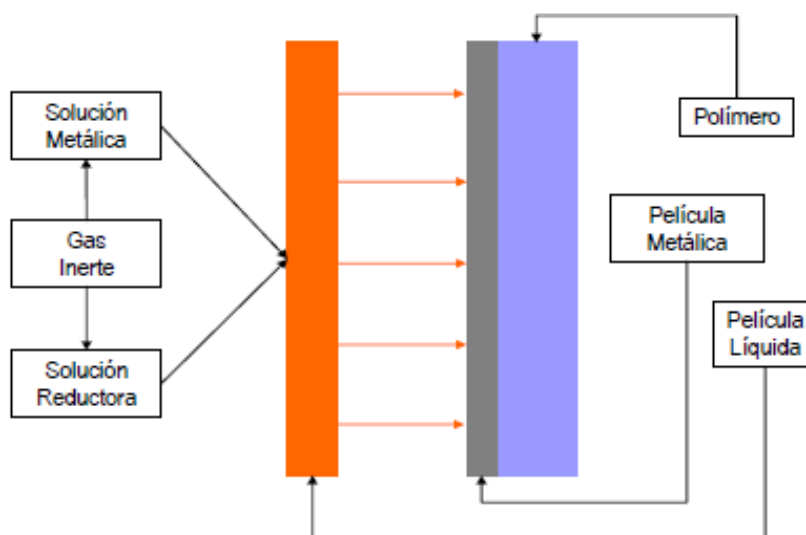


Figura 5. Representación del proceso DCP sobre un polímero [Fuente: Protocolo Pre doctoral, M. en C. Montserrat Gutiérrez Muñoz].

Una estación de spray, hace que ambas sustancias, la oxidante y la reductora sean proyectadas sobre el sustrato en forma de pequeñas gotas. La capacidad de poder unirse de las sustancias, realizado a la salida de la pistola neumática en la misma proporción depositándose sobre el polímero que permanece húmedo efectuándose la formación de una película líquida sobre la superficie expuesta, permitiendo que debido a la inestabilidad termodinámica se presente la reacción de óxido-reducción de forma simultánea. No obstante, bajo las siguientes condiciones se puede evitar una precipitación muy severa:

- La película líquida rociada, y que es adsorbida en la superficie del sustrato, debe ser lo suficientemente delgada. Para que la reacción de redox se realice en la superficie.
- La estequiometría de las sustancias debe ser óptima para que su relación en el rocío, favorece a la proporción de electrones intercambiados entre los agentes reductor y oxidante para un volumen de solución de rociado fijo.
- El sustrato plástico debe tener una humectabilidad uniforme y una energía superficial relativamente alta.

El método DCP ofrece grandes ventajas frente al método Electroless, el primero no requiere grandes volúmenes de solución y es ambientalmente amigable, debido a que la reacción REDOX se lleva a cabo en la superficie del material es completa de tal forma que todas las especies activas se consumen.

Otras ventajas que presenta el proceso DCP son las siguientes:

- Metalizado a temperatura ambiente.
- La aplicación se hace en forma directa sobre los polímeros sin necesidad activar con Paladio.
- Simple y accesible.
- Metalizado in situ
- El tamaño de la pieza no representa una limitante.
- Alta velocidad en el proceso de metalizado (40 $\mu\text{m/hr}$).
- Gran estabilidad, puesto que oxidante y reductor se manejan por separado.
- Bajo costo de la infraestructura y tratamiento de los residuos.

1.3 Recubrimientos de Protección

La propuesta es utilizar otros recubrimientos disponibles que protegen a la capa especular, entre ellos la aplicación de una película de protección de óxido de silicio, aplicada por depósito directo sobre la película especular por vía plasma a presión atmosférica.

Los procesos con plasma se basan en la aceleración de algunas reacciones químicas por parte del bombardeo de iones energéticos reactivos a una temperatura dada. Se podría asemejar a una combinación de un proceso de descarga luminiscente y una deposición química en fase vapor de baja presión. Pueden realizarse oxidaciones, nitruraciones y/o carburizaciones mediante el

empleo del plasma. En todos estos procesos el cátodo es el metal (que sufre el proceso), el cual se va calentando simultáneamente por radiación y/o inducción de radio-frecuencia.

Para la preparación de películas inorgánicas y orgánicas es necesario introducir un reactivo volátil en la atmósfera que sufre un proceso de descarga luminiscente generado normalmente por una fuerza de radiofrecuencia (A. K. Hassan, R. D. Gould, A. G. Keeling y E. W. Williams.1994). La descomposición, provocada por la descarga, de los gases reactivos o vapores conduce al producto final de la reacción, que no es otro que la formación de una película sólida delgada.

El plasma en general se define como una fase gaseosa que contiene una alta densidad de partículas cargadas (Nieto & Fernandez, 1994). Su empleo favorece el proceso de crecimiento, al asistir éste a cualquier técnica de deposición en términos:

- Reduce la temperatura a la cual tiene lugar el proceso de crecimiento.
- Controla las propiedades a través de la modificación de la estructura de los granos, densidad y cristalinidad.
- Modifica la morfología superficial.

Finalmente se propone otro recubrimiento protector, de poliuretano base solvente, que se aplica con una pistola neumática directamente sobre la superficie especular. Debido a la naturaleza frágil en los espejos en sustrato de vidrio se mando aplicar una capa de poliurea sobre el lado posterior del vidrio, que le proveerá de resistencia, facilidad de manejo y seguridad durante su mantenimiento. La Poliurea (Poliurea, 2010) es un producto de altas prestaciones químicas y mecánicas, se aplica en caliente formando una membrana polimérica continua, impermeable y elástica con excelente resistencia a la tracción y al desgaste. Sus dos componentes se mezclan "in-situ" reaccionan en 10 segundos, convirtiéndose en un recubrimiento 100% sólido, sin causar daño alguno al medioambiente ya que no contiene solventes (VOC) ni CFC's.

1.4 Estado del Arte

Desde el año de 1948 se publicó en "*Journal of The Franklin Institute*" un estudio de Depósitos químicos de espejos plateados en este se comparan tres métodos de para fabricar espejos con plata sobre sustrato de vidrio, haciendo una semblanza conforme con la época del comportamiento físico y químico que pudieran explicar la naturaleza de los resultados de la comparación de estos tres métodos(Morgan & Myers, 1948).

Los cuestionamientos se basaban en los resultados a simple vista, principalmente:

- 1) La estructura del recubrimiento de plata sobre el sustrato de vidrio.
- 2) Como influían las impurezas en el sustrato con la calidad de los espejos.
- 3) El papel de los compuestos químicos en la interfaz, que afectaban su deterioro prematuro.

Mencionando tres métodos utilizados en la industria:

- 1) Las sales Epsom-Rochelle, proceso de mesa caliente
- 2) Proceso de vertido en frío de Weber
- 3) Método de pulverización, utilizando hidracina como reductor para una solución de nitrato de amonio con sales de plata.

Desde esa época el tercer método llamaba la atención, pues prometía más desde la perspectiva de producción en masa, pero la calidad de los espejos era inferior a los primeros dos métodos, afirmándose que también se presentaba una baja adherencia entre el vidrio-plata, y con ello un deterioro que afecta la reflectividad de la capa especular. La tecnología de la deposición de las películas delgadas ha experimentado un gran avance hasta la actualidad. Esto debido al desarrollo de nuevos productos, técnicas y dispositivos, que demandan la industria. La industria electrónica ha exigido nuevos procesos que puedan proveer películas laminadas de alta calidad y excelentes características

Los métodos de deposición se clasifican tomando en cuenta el rango de espesores que se obtiene con cada tipo de técnica. Según su valor estaremos ante una técnica de película delgada o gruesa. Por ello, y como criterio más generalizado, se consideran a valores de espesor $<1\mu\text{m}$ incluidos en la denominación "lámina delgada", aunque este valor límite delgada-gruesa no está establecido como tal en la bibliografía, y va disminuyendo a medida que se produce el avance de la tecnología.

Básicamente las tecnologías de las deposiciones son consideradas o puramente físicas o puramente químicas. No obstante, hay un gran abanico de procesos basados en descargas luminiscentes y «*sputtering*» reactivo que no se pueden considerar o puramente físicos o químicos, sino que, al intervenir en ellos tanto procesos químicos como físicos, estos se combinan entre sí dando lugar a los métodos físico-químicos de deposición. Dentro de la literatura científica actual encontramos diversos métodos para mejorar la adherencia del sustrato y la capa especular, entre ellos, tratamientos físicos que modifiquen la superficie del sustrato. Existen los métodos abrasivos seguidos de ataques químicos para sustratos poliméricos(Magallon,2009).

Otra visión nos la proporcionara hacer una comparación del proceso DCP (Stremsoefer, G, Fares K.A. 1997)con la estación Jet METAL, disponible en

las instalaciones de CIDETEQ, para metalizar un sustrato de vidrio contra el proceso de recubrimiento Electro-catalítico (Múgica-Vidal, et al, 2017), que propone un proceso para mejorar la adhesión de la película especular, sobre el sustrato de vidrio, utilizando también un pre-tratamiento sobre este último, de plasma-clean, con aire a presión atmosférica. A continuación, se resume en un cuadro comparativo de los procesos utilizados: en la columna de la izquierda el proceso de metalizado con la técnica DCP que actualmente utilizamos en CIDETEQ para la fabricación de espejos, y en la columna de la derecha resumido el proceso de metalizado con el proceso de recubrimiento electro catalítico descrito en el citado artículo.

Tabla 1. Comparativo del proceso Deposito Químico Dinámico en CIDETEQ vs Proceso de Recubrimiento Electro catalítico del citado artículo.

Método DCP, utilizado en CIDETEQ en sustrato de vidrio	Artículo citado, también en sustrato de vidrio
Limpieza: Se limpia previamente el sustrato de vidrio con agua desionizada y jabón neutro, secándolo con aire comprimido.	Limpieza: Se limpia previamente el sustrato de vidrio con agua destilada y esponja, no se menciona secado.
Pre-tratamiento térmico: Se utiliza una antorcha de 30kw de gas LP, aplicando directamente 3-4 pasadas a 20 cm de distancia del sustrato y una velocidad de aprox. 0.75 m/s.	Pre-tratamiento térmico: Se utiliza plasmaclean (<i>Plasma-clean</i>) con la boquilla giratoria 1900 RPM, 20 KV, 17 kHz, a una distancia del sustrato de 2mm y una velocidad de 1-3 m/min.
Sensibilización: El sustrato se enjuaga inmediatamente, esperando, se forme una película acuosa uniforme, a continuación se aplica con una pistola de aire comprimido una solución de cloruro estañoso y se enjuaga inmediatamente.	Sensibilización: Se aplica la solución de cloruro estañoso y se deja reposar treinta segundos, después se enjuaga con agua destilada.
Película de plata: Con la pistola de aire doble de haces cruzados, se aplican la solución OXI y la solución RED, que se mezclan antes de tocar el sustrato, propiciando que los cationes Ag^+ sean reducidos en forma controlada por los electrones libres, depositando una capa de plata, se enjuaga inmediatamente y se seca con aire comprimido.	Película de plata: Con la asistencia de dos pistolas de aire comprimido se aplican en forma simultánea la solución oxidante que contiene plata y la solución reductora que aporta electrones libres, para formar plata Ag^0 , es importante que sea en cantidades iguales, enjuagando con agua destilada. A continuación se esparce polvo de hierro en forma uniforme, sobre la superficie húmeda, y se aplica una solución de sulfato de cobre en solución diluida, tornara $Cu^{+2} \rightarrow Cu^0$, enjugando inmediatamente y dejando secar.

Las caracterizaciones reportadas en el artículo donde se utiliza el proceso de recubrimiento electro-catalice, dan evidencia de los siguientes resultados:

- 1) Se encontraron evidencias con la asistencia de XPS, que la superficie del sustrato de vidrio pre-tratada con plasma-clean con aire a presión atmosférica, se presentó la modificación química de la superficie del sustrato de vidrio, favoreciendo la formación de grupos funcionales polares basados en oxígeno, y una relación Si/C, baja en carbono, asociados directamente a la hidrofiliidad.
- 2) Se puede percibir a este pre-tratamiento térmico como una limpieza y la disminución de residuos de carbono que no favorecen la humectabilidad de la superficie, que favorece la adhesión que está directamente ligada con el valor del ángulo de contacto con el agua y la energía de superficie del sustrato.
- 3) Otra situación que se evidencia en las muestras que no fueron pre-tratadas, las cuales durante los ensayos de desprendimiento dieron los valores más bajos de la fuerza necesaria para desprender la capa especular de plata.

En cuestión de propiedades reflectivas, de las muestras sin pre-tratamiento y las muestras que se efectuaron a menos distancia de aplicación y velocidades moderadas, fueron similares y las muestras con pre-tratamiento, a mayores distancias superiores de aplicación y velocidades de aplicación más rápidas resultaron con valores inferiores.

Ambos métodos comparados son similares, coinciden en un pre-tratamiento térmico de limpieza inicial, otra etapa de sensibilización o activación y una etapa de metalizado, la mayor diferencia estriba en la fuente del pre-tratamiento, el reportado en el artículo con *Plasma-clean* de *Plasmatreat* y el utilizado en el centro, con la pistola de flama de gas LP. Esta diferencia podría suponer que las variaciones en la adherencia, en las secciones siguientes analizaremos más a fondo esta situación.

En el mismo sentido se consultaron otros estudios recientes que proponen mejorar la adhesión en sustratos como el vidrio, el proceso se describe en la publicación del mejoramiento de la fuerza adhesiva de los enlaces de vidrio mediante el tratamiento con plasma a presión atmosférica DCSBD (Buček, Brablec, Kováček, Šťáhel, & Černák, 2017). En este documento también se propone un pre-tratamiento con plasma de baja intensidad llamado (DCSBD) Descarga de Barrera Coplanar Difusa, previa al uso de un adhesivo de acrilato curado por UV, además del mejoramiento del sustrato que supone la disminución de la contaminación orgánica, o sea principalmente basada en carbono y con el aumento de la superficie de grupos OH, que favorecen las reacciones en la interface.

Así mismo se reportan pruebas mecánicas normalizadas que se relacionan con mejoras de 45% en resistencia adhesiva de las juntas.

A continuación, una breve descripción de la preparación de las muestras(Buček et al., 2017):

- El sustrato de vidrio se lavó con detergente, para eliminar la contaminación áspera.
- Se sonicaron las muestras que previamente fueron inmersas en etanol puro, se aplicó la misma sonicación insertando finalmente la muestra en agua destilada, en ambas ocasiones por 6 minutos.
- Se aplica el tratamiento *Plasmatreat* con *Plasma-clean*, utilizando aire comprimido como gas vehículo, por 5 segundos con una potencia de 400W.
- Se utilizó un adhesivo de acrilato, curado por UV, de $\lambda = 365$ nm, por 2 minutos

El artículo menciona que el método citado, en lo futuro prevé la sustitución de agua destilada en lugar de etanol puro, por cuestiones ambientales y evitar el manejo de químicos de alto costo.

Los artículos anteriores se basan solo en espejos en sustratos de vidrio, pero los sustratos poliméricos también son de importancia debido a las coincidencias en los métodos para el mejoramiento de la adherencia, en ambos sustratos. Citaremos una publicación que actualmente se reporta en la literatura científica, titulada Formación de la película de plata conductora y reflectante de la superficie de ABS; a través de un injerto covalente y un spray en solución(Chen *et al.*, 2015).

En este artículo se reporta un método amigable con el ambiente, en ausencia cromo y paladio, se implementó una modificación foto-química de la superficie, utilizando activación UV y la descomposición de azidas orgánicas sobre un sustrato de plástico ABS, denominado foto injerto covalente además de un recubrimiento electrolítico de plata por medio de la reducción controlada de catión de plata por electrones, reductor glioxal.

El método reportado en esta publicación garantiza una adherencia superior a la de otros métodos, siendo relativamente más sencillo, menos contaminante y demandante de energía.

A continuación, describiremos el método de la formación de una película de plata sobre un sustrato de ABS, en forma abreviada(Chen et al., 2015):

1) Foto injerto de P-TES

- a) El sustrato ABS se desengrasan en alcohol etílico absoluto con limpieza ultrasónica durante 5 minutos en 2 ocasiones.

b) Los sustratos sumergen en 2 mmol/L de solución alcohólica de P-TES (monómero de 6-(3-trietoxisililpropilamino)-1,3,5-triazina-2,4-azida), durante 10 segundos a temperatura ambiente, dejándolas secar y ser expuestas a radiación ultravioleta 2.4J/cm², principalmente en la longitud de 365 nm, finalmente ser limpiadas las muestras con alcohol etílico absoluto durante 1 minuto.

2) Auto-ensamblaje de N-TES

a) Los sustratos recubiertos se sumergieron en 2 mmol/L de solución acuosa de N-TES (6- (3-trietoxisililpropilamino) -1,3,5-triazina-2,4- el ditiolmonosódico) durante 10 minutos.

b) Las muestras se someten a un horno durante 10 minutos a una temperatura de 70°C, al final las muestras se enjuagaron con alcohol etílico absoluto y agua destilada.

3) Recubrimiento electrolítico por rociado de solución de película de plata

a) Se requiere una activación sumergiendo las muestras en una solución acuosa de 0.1 mol/L de SnCl₂ y 40 mL/L de HCl durante 5 minutos, inmediatamente enjuagar con abundante agua destilada.

b) Se rocían el reactivo de Tollens (0.1 mol/L AgNO₃ y 150 mL/L de NH₃ ·H₂O (25%)) y las soluciones reductoras (1 mol/L (CHO)₂ y 0.1 mmol/L N(CH₂CH₂ OH)₃) en recipientes independientes pero al mismo tiempo, las muestras de sustrato de ABS, con 10 pases por pulverización, haciendo así la deposición de plata.

c) Finalmente se enjuagan las muestras abundantemente con agua destilada, se lavan con agua hirviendo, se curan a 75 C en un horno durante 10 minutos.

Los resultados de difracción de rayos (DRX), se interpretaron que la capa reflejante es mayormente de plata y con un microscopio de fuerza atómica (AFM), obtienen una visión de una capa homogénea, también se efectuó espectrografía electrónica con rayos X (XPS), para valorar la robustez del auto-ensamble N-TES, por la naturaleza de las reacciones que se presentan en la interfaz, donde se evidencia la presencia de grupos funcionales bajos en carbono y abundante en oxígeno promotores de la adherencia.

Por otro lado consultando una revisión de estudios de durabilidad de los reflectores solares, se menciona que los reflectores más actuales son tres opciones (García-Segura, Fernández-García, Ariza, Sutter, & Valenzuela, 2016):

- 1) Fabricados en sustrato de vidrio para segunda superficie.
- 2) De aluminio para primera superficie.
- 3) Películas de plata sobre polímeros para primera superficie.

En tanto que los reflectores de vidrio plateado se emplean en la mayoría de las plantas comerciales de energía eléctrica termo solar, los reflectores de aluminio y las películas de polímero plateado se consideran productos innovadores, desarrollados y comercializados como alternativas. Estas capas se pintan o se recubren con un polímero, de modo que la capa de plata esté protegida contra la corrosión y la abrasión.

Es importante resaltar la diferencia entre espejos de primera y segunda superficie. Cuando la capa especular es aplicada al frente del sustrato se considera primera superficie, y de segunda superficie cuando la capa especular se aplicaba en la parte posterior del sustrato, es obvio que en este caso el sustrato debía ser transparente y representaba por sí mismo una capa de protección, pero esta no es ideal; ya que dependiendo de su naturaleza y espesor afecta la reflectancia. El espejo de primera superficie no tiene al sustrato como capa de protección, pero es necesario un recubrimiento de protección eficiente contra la intemperie.

En CIDETEQ, que se ha tenido experiencia con metalizado sobre sustrato de policarbonato, para desarrollar espejos para segunda superficie, con recubrimiento contra corrosión de primer y pintura base solvente, además de adhesivos y bases de soporte.

En el desarrollo de espejos de segunda superficie sobre diferentes sustratos, es evidente que algunos reactivos no son amigables con el ambiente como la capa de cobre que inhibe la corrosión de la capa de plata y los recubrimientos de protección que contienen plomo, recientemente se menciona que se ha reemplazado el cobre por una solución de cationes que contiene estaño (normalmente SnCl_2) y una solución de aniones que consiste en iones hidroxilo (por ejemplo, NaOH), formando un precipitado insoluble en agua sobre la superficie de plata que evita la corrosión (Kennedy & Terwilliger, 2005).

En lo referente a recubrimientos de protección basado en la aplicación de óxido de silicio, aplicado por plasma polimerización a presión atmosférica, podemos citar que existen resultados obtenidos que se utilizaron para crear un modelo empírico para predecir la composición química de los recubrimientos(Pulpytel et al., 2011). Estos fueron seleccionados de 11 parámetros del proceso detectados, los 3 parámetros que exhibían el efecto más fuerte sobre la composición de recubrimiento fueron la velocidad, distancia y número de aplicaciones de plasma-plus, la temperatura del haz no puede soslayarse, y esta se regula la distancia de acuerdo a posición dentro del chorro de plasma.

Otro recubrimiento propuesto es un barniz de poliuretano base solvente con acabado brillante, destinado a exteriores, que puede aplicarse en superficies variadas desde concreto hasta madera, protegiendo la superficie contra daño por abrasión, no cambia de color con la radiación solar, este producto se comercializa como Polyform 11000 y su respectivo catalizador(Catalizador & Superficie, 1998).

Capitulo 2

Materiales y Equipos.

Capítulo 2

2 Materiales y Equipos

2.1 Estación de metalización JET METAL

Como antecedente al presente trabajo, en CIDETEQ se cuenta con la experiencia de haber fabricado espejos planos en sustrato de policarbonato transparente de 1.5 mm de espesor y metalizado con plata, aplicado por la técnica DCP, con una estación de espray manual marca Jet Metal Technologies modelo UMMA UN M (Fig. 6), se cuenta con un equipo de aplicación de flama (*flaming*) directa, con una tobera angular permite hacer el flameado más uniforme y configurar para aplicación vertical u horizontal, este equipo utiliza gas LP que se abastece un tanque de 40 litros, con llave de paso un regulador de presión, y manguera de alimentación (Figura 6), con la cual se aplica el pre-tratamiento térmico de la superficie del sustrato.



Figura 6. Estación de Espray JET METAL y *Flaming* encendido automático.

Para la aplicación de recubrimientos a base de pinturas y esmaltes se utiliza una pistola de aire normal de una sola alimentación, que se conecta al suministro de aire comprimido.

Utilizamos diversos tipos de recubrimientos algunos fijos y otros transitorios para la preparación de muestras:

- Recubrimiento de sellado con base solvente de primer preferentemente color blanco.
- Recubrimiento de sellado con esmalte base solvente color blanco. aplicadas con una pistola de aire comprimido.

- Recubrimiento de resina transparente poliuretano (Polyform base solvente).
- Recubrimiento de Acetato de vinilo (PVA).
- Recubrimiento de Poliurea (aplicada por un proveedor externo).
- Recubrimiento de óxido de sílice aplicado por plasma polimerización.

En lo que refiere a los sustratos, se utilizaron de tres tipos:

- Vidrio convencional de 4mm y 6 mm de espesor.
- Policarbonato transparente de 1.5 mm de espesor.
- Policarbonato celular de traslucido de 6 mm de espesor.

En cuanto a los herramentales de soporte, fueron diseñados y ajustados de acuerdo al tipo de sustrato de las muestras, cortinas de contención que evitan se dispersen los reactivos, charolas y tarimas de contención para el mismo propósito de captar residuos líquidos. Entre los materiales auxiliares se utilizaron adhesivos de velcro auto-adherible, ventosas para vidrio y eslingas para mantener suspendidas las muestras durante todo el proceso de acuerdo a las dimensiones y peso de los sustratos.

2.2 Equipo de seguridad personal.

Durante el proceso de metalizado de los espejos se manejan sustancias químicas en bajas concentraciones, las cuales no son inocuas y por el tiempo de exposición deben guardarse medidas de seguridad, utilizando equipo básico de seguridad personal (Figura 7):

- Guantes de nitrilo
- Guantes de Látex
- Botas de hule
- Bata y Tivek
- Lentes de seguridad
- Mascara de seguridad con filtros
- Extintor de incendios



Figura 7. Equipo de seguridad personal

Para preparar las formulaciones que se utilizarán durante el proceso de metalizado, es necesario contar con un set de equipo de laboratorio como el siguiente:

- Vasos de precipitado de cristal de 1000 ml, tres, cada uno etiquetado para cada formulación (OXIDANTE, REDUCTOR, AGUA DESIONIZADA).
- Vaso de precipitado de cristal de 500 ml. Dos, cada uno etiquetado para surtir el ACTIVANTE y el AGUA DESIONIZADA.
- Vaso de precipitado de 100 ml. etiquetado para preparar REDUCTOR
- Pipeta graduada de 10 ml. Tres, cada una etiquetada una para cada reactivo (REACTIVO "A", REACTIVO "B", REACTIVO "C").
- Pipeta graduada de 5 ml. Una para medir el ACTIVANTE.
- Succionador bomba para pipeta.

2.3 Reactivos utilizados para la Metalización sobre el sustrato.

En el proceso de metalizado se utilizan reactivos que se combinan para formar:

- **Oxidante**, que está formado por el reactivo "A", el reactivo "B", el reactivo "C" y agua desionizada el cual debe prepararse en el momento de ser utilizado y no exceder más de una hora su aplicación.
- **Reductor**, este reactivo se prepara con RED 2010 y agua desionizada
- **Activador o Activante**, cloruro de estaño, que debe diluirse en proporción de 1% con agua desionizada antes de ser utilizado, o sea 5ml de activador por 500 ml de agua desionizada.
- **Agua desionizada.**

La formulación del reactivo A, el reactivo B, el reactivo C y la concentración del Activante, quedan reservadas por CIDETEQ.

2.4 Metalización por el método de Depósito Químico Dinámico

Para iniciar la metalización de los sustratos será necesario llevar un orden y secuencia en la preparación de los materiales y equipos necesarios descritos a continuación:

- 1) Contar con un área donde puedan definirse las labores precisas para hacer el habilitado de los materiales, preparación de las formulaciones y carga y preparación del equipo de metalizado. Este debe tener ciertas características:
 - El local debe contar con ventilación, así como la posibilidad de aislarse con puertas o exclusas.
 - Contar con 2 extintores de fuego, accesibles y visibles.
 - Instalación eléctrica adecuada y neumática con estación de servicio con filtros de sólidos y agua.

- Iluminación artificial suficiente que opere por secciones.
- 2) Ponerse el equipo de seguridad personal: bata o Tivek, guantes, lentes de protección, botas y mascarilla con filtros.
 - 3) Preparación de las muestras de sustrato que serán metalizadas, las que son de vidrio deben cortarse previamente y lavarse con jabón neutro y agua desionizada, seleccionamos un tamaño de muestra de 10 cm X 10 cm de 4 mm y 6 mm de espesor. Así mismo las de policarbonato transparente de 1.5 mm de espesor y las de policarbonato celular de 6 mm de espesor se cortarán previamente del mismo tamaño, teniendo especial cuidado que durante el corte se conserven las películas protectoras de ambas caras. Se le colocan a cada muestra dos secciones de una parte de la cinta de velcro de 19 mm, auto-adherible por la cara posterior y se etiqueta con la fecha, formulación y operador. Las muestras deben colocarse sobre el tablero de soporte que previamente tiene la otra parte de la cinta de velcro auto-adherible, teniendo especial cuidado de no tocarlas con los dedos directamente.
 - 4) La preparación de los reactivos y carga en la estación de JET METAL, debe efectuarse en ausencia de luz natural, bajando la iluminación artificial, en el siguiente orden:
 - EL OXIDANTE, se prepara 1 litro, agregando, 200 ml de agua desionizada en el matraz etiquetado (OXIDANTE), 36 ml del reactivo "B", con la pipeta "B", otros 200 ml de agua, 20 ml de reactivo "A" se agita, 18 ml de reactivo "C" y se afora a 1 litro con agua desionizada, la mezcla debe ser totalmente transparente e inmediatamente se carga en el recipiente de acero inoxidable etiquetado OXIDANTE en la parte inferior de la estación JET METAL. Es importante anotar la hora de preparación y utilizarla en la próxima hora.
 - EL REDUCTOR, se prepara 1 litro, agregando 200 ml de agua en el matraz etiquetado (REDUCTOR), se agregan 100 ml y se afora a un litro, igual que el anterior debe ser totalmente transparente y se carga en el tanque de acero inoxidable con la etiqueta REDUCTOR en la parte inferior de la estación JET METAL. De igual forma se recomienda anotar la hora de carga.
 - EL ACTIVANTE, se preparan 500ml, agregando 200 ml de agua desionizada en el matraz etiquetado ACTIVANTE, después 5ml de cloruro de estaño con la pipeta etiquetada ACTIVANTE, previamente preparado y almacenado en un refrigerador; y se afora a 500 ml. Inmediatamente se coloca en el depósito de la pistola neumática de gravedad etiquetada ACTIVANTE. Anotar la hora es importante ya que este debe ocuparse en la próxima medio hora.
 - EL AGUA deberá cargarse en el depósito de la otra pistola neumática de gravedad que tiene la etiqueta AGUA.

- Verificar que las mangueras de aire y alimentación de las pistolas no estén enredadas ni obstruidas.
 - Conectar la manguera de aire comprimido y fijar 10 bar, en la alimentación general de aire a la estación, verificar la presión de atomización a 2 bar en la estación y en el tablero de presión de la pistola doble ajustando 0.5 bar para el oxidante y 0.5 bar el reductor.
- 5) Se inicia la metalización, de igual forma el proceso debe hacerse en ausencia de iluminación natural y bajando el nivel de la iluminación artificial, de la siguiente manera:
- Para iniciar el pre-tratamiento térmico a las muestras, se abre la válvula del tanque y el regulador que alimenta la pistola de flameo, con las muestras de vidrio previamente limpias y/o las de ambos policarbonatos se les retira la película protectora. Se acciona el gatillo de la pistola y se flamean a una distancia aproximada de 30 cm con cuatro pases de derecha a izquierda y de arriba abajo alternado a una velocidad de 0.75 m/s, enjuagando al terminar, en forma abundante con agua desionizada, observando que se forme una película uniforme de agua sobre el sustrato.
 - Se aplica el activante aproximadamente a 30-50 cm, con la pistola neumática, en forma abundante en 2 pases de abajo hacia arriba y de izquierda a derecha alternadamente, teniendo especial cuidado de que las orillas de la muestra queden bien cubiertas, se hace una pausa de 20 segundos y se enjuagan en forma abundante con agua desionizada.
 - Con la pistola neumática de doble alimentación se efectúa una prueba hasta que los haces de oxidante y reductor sean uniformes y se procede a la metalización a una distancia de aproximadamente 30-50 cm, dando para las muestras de policarbonato 14-16 capas y 6-10 capas en las de vidrio. Al concluir enjuagar inmediatamente con agua desionizada. Secando con aire comprimido o dejando secar en el tablero.

Este procedimiento se efectúa en alrededor de veinte minutos, la cantidad es suficiente para un metro cuadrado de muestras por lo que, si se requiere menos área, solo preparar la cantidad proporcional a lo que se vaya a metalizar. Es muy importante vaciar los residuos que se precipitan y los sobrantes en las garrafas de residuos e inmediatamente enjuagar todos los recipientes de las pistolas de gravedad, los depósitos de oxidante y reductor, purgarla pistola doble y las tuberías del de la estación JET METAL con agua desionizada, así como lavar toda la cristalería de preparación.

- 6) Selección de las mejores muestras, de estas la mitad de las muestras se destinan a iniciar las caracterizaciones propuestas, el otro lote se sella por el lado de la película especular con los recubrimientos disponibles, ya sea en primera o segunda superficie, en todos los casos las muestras no deben ser expuestas a la luz natural.

Una vez concluidas las muestras se deben ventilar las áreas donde se realizó el metalizado y recubrimientos, sobre todo las que sean base solvente para evitar riesgo por la acumulación de gases inflamables.

Existen una serie de factores, algunas asociadas con el método y otros no, en esta sección las mencionaremos de la misma forma en que fueron detectadas y documentadas, de tal forma que pudiésemos prever sus efectos en el desarrollo de las muestras obtenidas.

Hasta el momento se han tenido resultados alentadores en la fabricación de espejos planos de hasta 1.4 m^2 (Fig. 8), los ensayos se iniciaron con muestras de $10 \text{ cm} \times 10 \text{ cm}$ donde se han ido ajustando la aplicación de los diferentes reactivos, que se han mejorado desde las pruebas hasta los espejos planos de mayor tamaño.

Dado que la técnica DCP se aplica con una estación de aire comprimido en forma manual, el acabado del espejo puede depender primordialmente del personal que lo aplica y factores asociados directamente al método: Flujo y presión de aire, que se ven afectados por la falta de mantenimiento de la estación.

La presión de aire de atomización, la presión del flujo del oxidante y reductor pueden ajustarse con manómetros y válvulas de paso en el tablero superior de la estación JET METAL, como este proceso se realiza a temperatura ambiente, esta dependerá de la época del año en que se aplique, lográndose mejores resultados a bajas temperaturas, por lo que se propondrá la implementación de un sistema de aire acondicionado para controlar la temperatura.



Figura 8. Espejo sobre sustrato de vidrio de 1.4 m^2 .

El factor humano incide de manera preponderante durante la aplicación de la capa especular sobre el sustrato, desde la limpieza previa y el pre-tratamiento térmico. Para muestras pequeñas se mantiene la calidad, pero a medida que aumenta el tamaño de la muestra el peso de la pistola neumática doble del metalizado, causa fatiga dejan huella en el acabado del metalizado.

La distancia a la que efectúa la proyección de las sustancias, el patrón de aplicación y número de capas de aplicación, el traslape del metalizado, pueden varían de un operador a otro, no obstante tener un entrenamiento inicial, también esto afecta la calidad del espejo y esta decrece en piezas de mayor tamaño.

Los flujos de oxidante y reductor deben ser similares en un rango de aproximadamente 1.16 ml por segundo de cada salida de la pistola doble, y la presión de aplicación debe ser similar en el orden de 0.5 bar de presión en cada uno de sus recipientes de oxidante y reductor respectivamente. Debe calibrarse a una presión de atomización de 2 bar para las demás pistolas; el activador y agua desionizada se aplican controlando la aplicación con el gatillo de cada una de las pistola neumáticas. Se hace énfasis en la regularidad de la distancia de aplicación es de 30-50 cm, con un patrón de aplicación de izquierda a derecha y de la parte inferior a superior completando 16 capas o hasta 20 capas, para el policarbonato y de 6-10 capas para el vidrio, dependiendo de la apariencia que vaya tomando la muestra, que debe tornarse color sepia, hasta aparecer el reflejo. Siempre al finalizar se enjuagará el espejo, abundantemente con agua desionizada dejando escurrir o secando con aire comprimido.

A continuación, mostraremos la segunda fase de pruebas que se han realizado, sobre sustrato de vidrio (Fig. 9), con las siguientes variaciones de reductor con el fin de encontrar el mejor acabado de las muestras (Tabla 2).

Cabe mencionar que se establecieron las siguientes condiciones para decidir la variación del reductor seleccionada:

- Montaje individual
- 4 variantes del reductor.
- 2 muestras vidrio 10X10 cm por variante.
- Proceso DCP (SIN ENJUAGAR EL ACTIVANTE)
- Proceso DCP (ENJUAGANDO ACTIVANTE DESPUÉS DE 30 SEGUNDOS)

Tabla 2. Variaciones de la formulación del Reductor

REDUCTOR	
Variante	Preparación
1	Con Hidracina al 10%
2	CD 2010 al 10%
3	Reductor "7" .al 1%
4	50% CD 2010 al 10% + 50% RED 7 al 1%



Figura 9. Muestras espejos sobre sustrato de vidrio, en la primera a la izquierda la muestra 3, 2, 1 y a la derecha la muestra 2, 1,4.

La muestra 2(Figura 9) fue la que mostro mejor calidad en el reflejo, así como mínima coloración blanquecina en la parte anterior, por lo se decidió seguir en esta línea para muestras de mayor dimensión.

Se realizaron 2 espejos de segunda superficie de 1.22 m x 1.22 m y espesor de 6 mm, se les aplicaron las capas de recubrimiento de pintura base y esmalte base solvente color blanco sobre la capa especular, fueron enviadas a la ciudad de México donde se les aplico por un tercero, una capa de poliurea de color blanco, en el lado posterior del vidrio.

De vuelta en CIDETEQ, con un marco adecuado, fueron llevadas para ser colocadas y dar seguimiento en un heliostato en el campo solar experimental de la UAQ en Juriquilla, Querétaro.

En visitas posteriores al campo de la UAQ se detectó, que uno de estos espejos presentaba una coloración en el reflejo, en un extremo y por la parte posterior un abultamiento en la película de poliurea en el mismo extremo; el espejo se trasladó a CIDETEQ y fue desarmado del marco para buscar el origen de la falla. Se detectó que durante la colocación del marco de aluminio se rasgó la película de poliurea, y al paso del tiempo el agua de lluvia la inundó afectando al reflejo, cambio de color hasta desprender la capa de plata del sustrato formando una bolsa de agua. Cabe mencionar que el otro espejo de las mismas características no presenta ningún problema y aún se encuentra en el campo solar experimental de la UAQ.

2.5 Recubrimientos de protección

Se dispone de un equipo de plasma polimerización a presión atmosférica marca plasmatrear, con un precursor de silicio orgánico, que cuenta con dos funciones principales: cañón de plasma-clean cuya función es la limpieza de la superficie previa a recubrir y un cañón de plasma-plus, que aplica el depósito de óxido de silicio sobre la superficie. El procedimiento de para la aplicación de de este recubrimiento se adaptó al montaje del equipo, cada una de las muestras fueron colocadas en una base móvil para regular el movimiento manualmente bajo el haz y la distancia de aplicación se ajusta acercando y alejando la misma base móvil, ya que el montaje de los cañones es fijo(Figura 10).

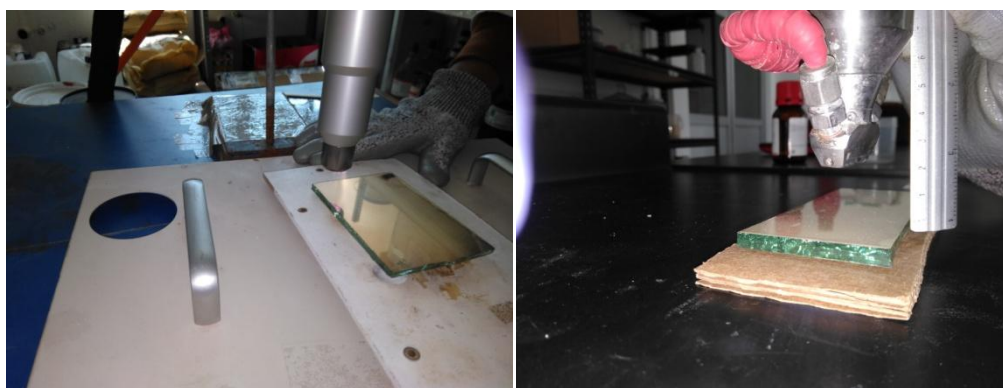


Figura 10. Plasmatrear: cañón plasma-clean (izquierda) y cañón plasma-plus (derecha)

En estas condiciones se recubrieron las muestras de espejo en los diferentes sustratos, principiando por el plasma-clean, deslizándolas bajo el haz giratorio a una distancia de entre 2-2.5 cm, en dos aplicaciones una abarcando toda la superficie, inmediatamente se colocó la muestra bajo el haz de plasma-plus a la misma distancia, pero con la diferencia que la salida de haz es casi puntual lo que dificulta, mover la muestra con precisión para evitar un traslape

excesivo, para minimizar esta situación y tener más control, se redujo el tamaño de las muestras, sin embargo al hacer el recubrimiento, la superficie especular presenta coloraciones que afectan el reflejo (Figura 11) y llegando a la cuarta o quinta aplicación se presenta un oscurecimiento de la superficie. Todas las muestras presentaron este oscurecimiento de la superficie especular y las muestras de policarbonatos, además presentan deformación del sustrato a partir de la quinta aplicación (Figura 12).

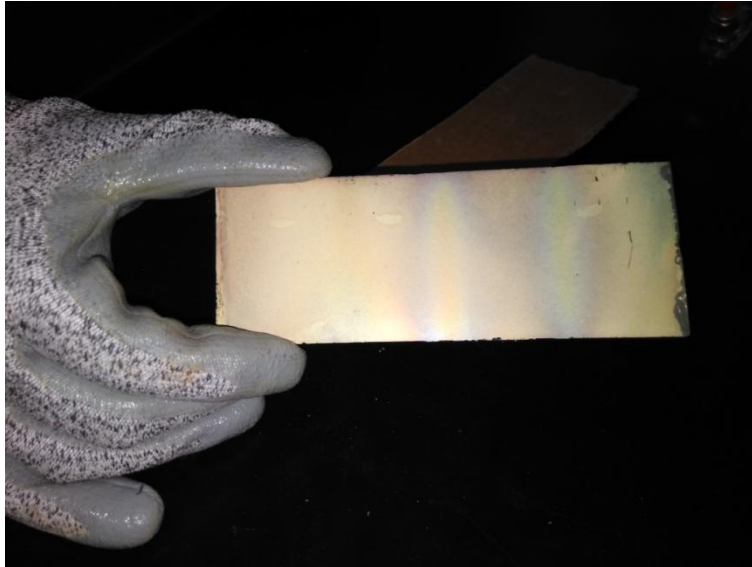


Figura 11. Muestra de espejo, sobre sustrato vidrio con 2-3 capas de aplicación de óxido de silicio por plasma polimerización.



Figura 12. Muestras de espejo, en sustrato de policarbonato transparente con varias aplicaciones de óxido de silicio por plasma polimerización.

Capítulo 3

Resultados y discusión

Capítulo 3

3 Resultados y discusión

3.1 Determinación de la composición química por EDS

Se aplicó Microscopia Electrónica de Barrido SEM a las muestras de policarbonato transparente metalizado con 16 capas con DCP, sin recubrimiento adicional, con un Microscopio marca JEOL, modelo JSM-6510 LV con EDS RUKER acoplado (Figura 13).

El análisis de Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS) es una herramienta para la identificación de composición química en una muestra. Este nos indica la composición química, en base a la energía de electrones dispersados, como carbono que se encuentra en las capas del polímero y la plata que es el material depositado, en la Tabla 3, donde se observa un análisis semi-cuantitativo de los elementos hallados en la muestra.

Tabla 3. Composición química obtenida por EDS instalado en un equipo SEM.

Elemento	Número Atómico	Series	unn.	C norm.	CAtom.	C Error (1 Sigma)
Ag	47	L	27.31	50.11	10.41	0.88
C	6	K	23.10	42.40	79.10	2.79
O	8	K	4.08	7.49	10.49	0.79
Total:			54.49	100.00	100.00	

Se generó un esquema (Fig. 14) que nos aporte una visión clara de cómo se crea la película de metalizado en la superficie del sustrato, por la técnica de DCP. Que brevemente se procede con sustrato limpio se le aplica un pre-tratamiento térmico, lo cual torna su superficie hidrofílica, formándose una película líquida. El sustrato se vuelve proclive a activarse mediante la aplicación atomizada de una solución diluida de cloruro estañoso que emplearemos como Activante.

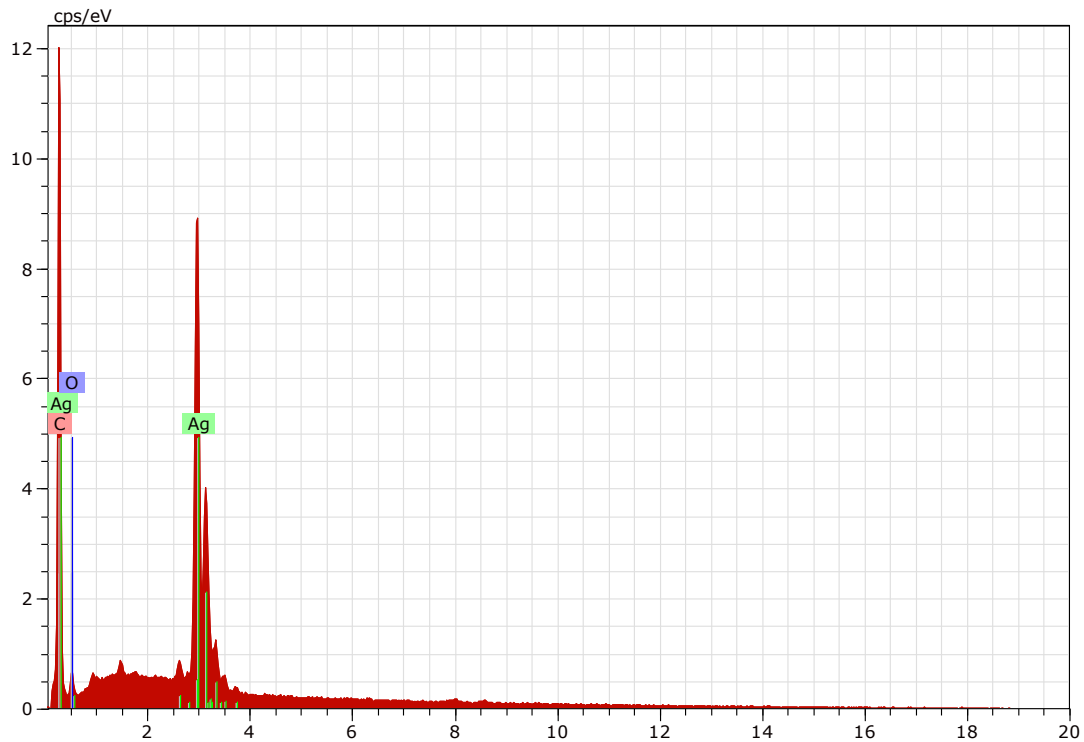


Figura 13. Gráfica de EDS de la muestra de depósito de plata en PC.

A continuación, será enjuagado con agua desionizada, esta operación deja sobre el sustrato una distribución de átomos de estaño, que proveen sitios donde se alojarán los átomos de plata, estos serán resultado de la combinación durante la proyección del oxidante y el reductor en el espacio previo al sustrato, donde ocurre la óxido-reducción. El oxidante provee iones disociados de plata con carga positiva y la especie reductora electrones libres, el resultado son átomos de plata que se alojan en torno al estaño como centros de nucleación sobre el sustrato, creando una delgada película de plata, la cual ira engrosándose al aumentar el número de las aplicaciones.



Figura 14. Nucleación de los átomos de plata sobre estaño en el proceso DCP.

3.2 Homogeneidad de las superficies metalizadas

Se observó que el recubrimiento presenta una morfología homogénea, de pequeña porosidad y sin grietas, evidenciándose presencia de plata en la capa depositada, que de acuerdo a los datos de mostrados en grafico de EDS de la figura 13 de la sección 3.1. La homogeneidad de las superficies de plata depositadas sobre diferentes sustratos puede observarse en las siguientes imágenes de la Fig. 15 y 16. A través del microscopio óptico digital VHX-5000 con apoyo del software es posible contrastar las superficies de acuerdo a su espesor relativo y denotar que existen valles y depresiones denotados por distintos colores. Este acabado superficial a nivel de cientos de micras, pudo ser generado a partir de la rugosidad de los sustratos y el proceso de pre-tratamiento térmico o al método de depósito químico de la película de plata. Si tomamos en cuenta que la rugosidad puede ser como una huella que deja la herramienta en un proceso, podemos atribuir el relieve a una suma de factores que podemos controlar, como la intensidad de la activación y el numero de capas de metalizado, para que la superficie sea mejor receptora del recubrimiento de plata y más uniforme respectivamente.

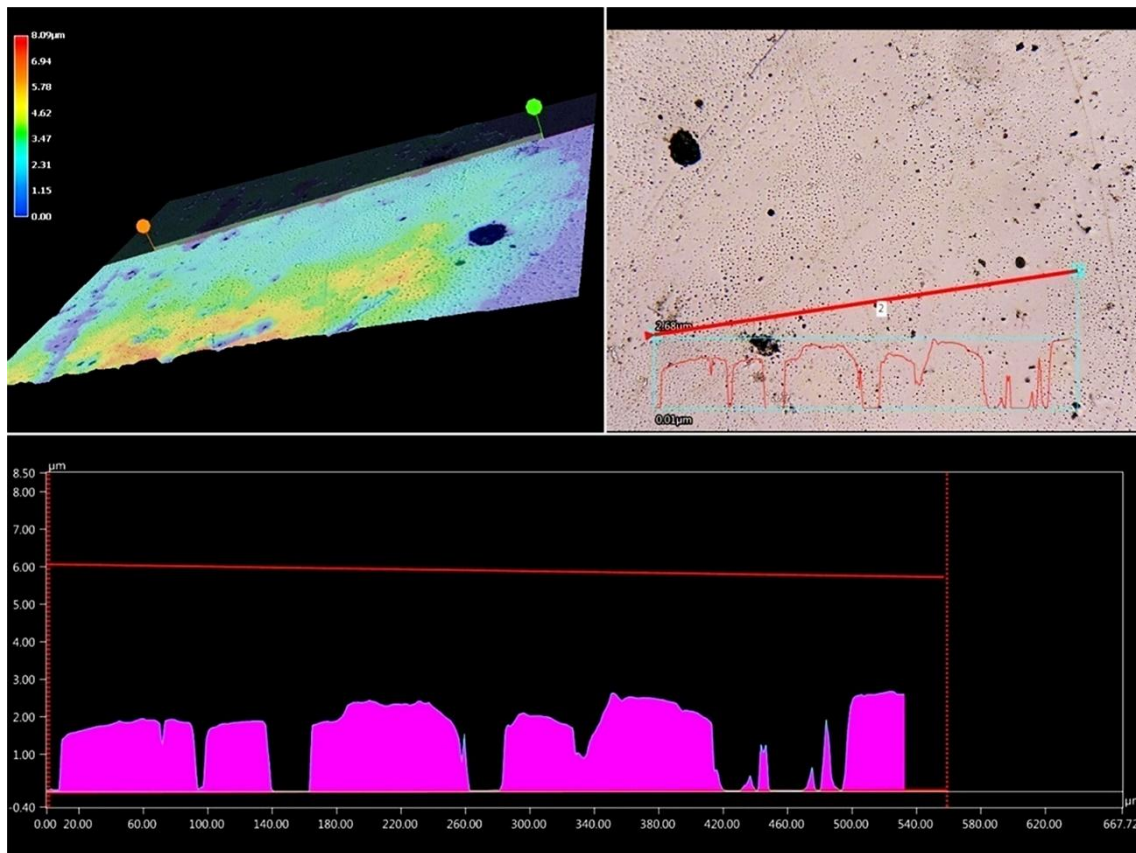


Figura 15. Imagen de microscopio óptico digital de la apariencia de la capa de plata sobre vidrio (6 capas) y corte longitudinal.

Cabe mencionar que, en la muestra de vidrio con metalizado de plata con seis capas, la apariencia de la superficie del metalizado, muestra más imperfecciones que las muestras en sustrato de policarbonato que se muestran a continuación, la Figura 15, mostrando la forma del relieve de la superficie especular.

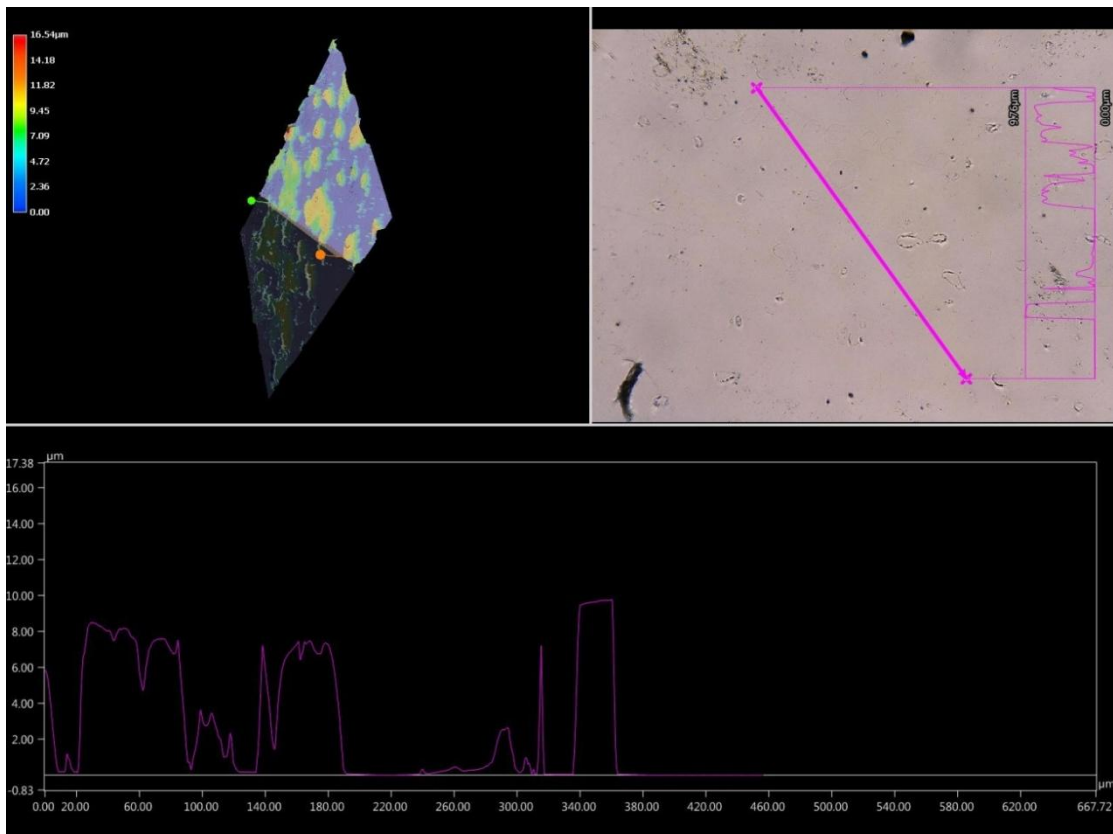


Figura 16. Imagen de microscopio electrónico de barrido de la apariencia de la capa de plata sobre policarbonato transparente (16 capas) y un corte longitudinal.

En la Figura 16, se aprecia un relieve con más altura, de la superficie metalizada con plata con 16 capas sobre un sustrato de policarbonato transparente, y una superficie más tersa y uniforme según lo denotan la coloración de la misma. En las Figuras 17 y 18, se observa la apariencia de la superficie del sustrato metalizado con plata sobre policarbonato celular, en dos diferentes zonas de la muestra. Se aprecia que la superficie es uniforme y con menos relieve, esto puede ser debido a la textura del sustrato de policarbonato celular diferente a la del policarbonato transparente.

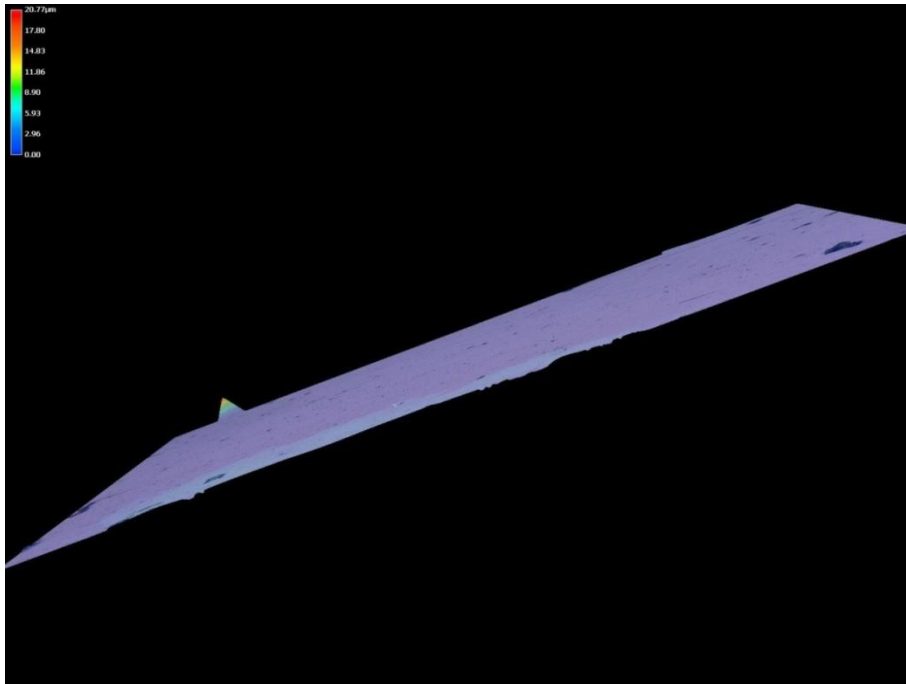


Figura 17. Imagen de microscopio electrónico de barrido de la apariencia de la capa de plata sobre policarbonato celular (16 capas) y un corte de longitudinal.

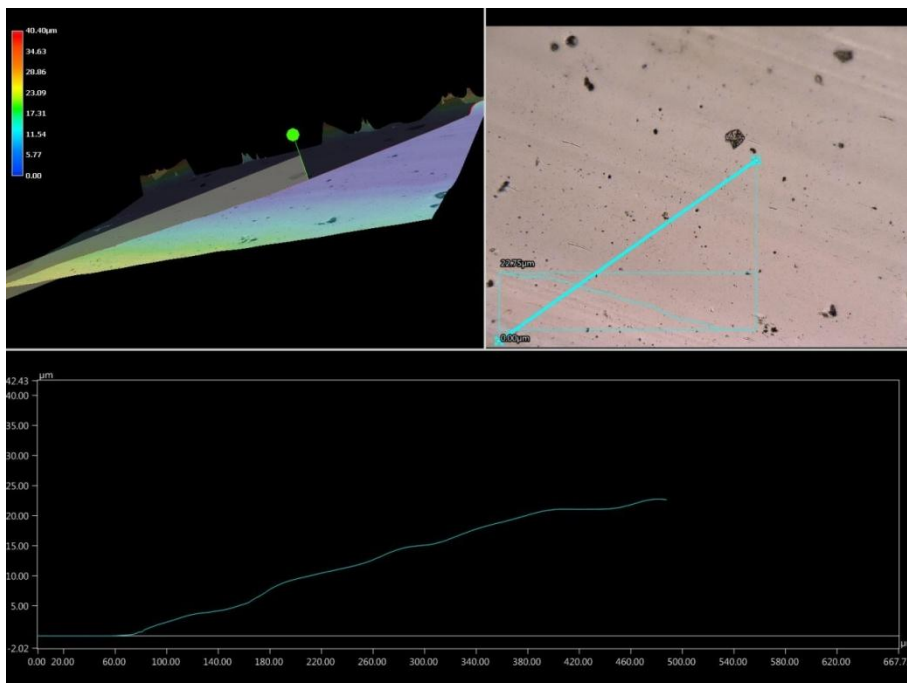


Figura 18. Imagen de microscopio electrónico de barrido de la apariencia de la capa de plata sobre policarbonato celular (16 capas) y un corte de longitudinal.

El metalizado de plata sobre los diferentes sustratos está destinado a hacer espejos de primera superficie, ya se tuvo experiencia con los espejos de segunda superficie y en ambos casos será necesario un recubrimiento de protección sobre la capa especular, para evitar en primera instancia la

oxidación, tan solo al estar expuestos al aire circundante, por esta razón requerimos de un recubrimiento que los proteja contra la intemperie, aunque ya han sido probados diferentes recubrimientos entre ellos, sellador a base de primer y esmalte base solvente de secado rápido de color blanco, directamente sobre el metalizado, presentándose aisladamente, que el solvente atacaba al metalizado o al sustrato presentando marcas profundas por ambos lados del sustrato afectando en el reflejo del espejo.

3.3 Adherencia

Con el fin de analizar y cuantificar la adherencia del metalizado sobre el sustrato que forma la película especular y su soporte respectivamente, se propone llevar a cabo una serie de muestras, desde la limpieza, pre-tratamiento en diferentes sustratos, metalizados por DCP con plata, efectuar ensayos de desprendimiento en las muestras y observar las superficies bajo el microscopio digital VHX 5000, a fin de determinar la forma, texturas del metalizado y apariencia en los bordes de desprendimiento.

Dado que el metalizado DCP se realiza por vía húmeda, entre un el sustrato y los reactivos, el grado de adherencia de un líquido sobre un sólido puede visualizarse observando el ángulo de contacto y por consiguiente la energía de superficie del sustrato, estos parámetros son importantes porque nos repercuten directamente sobre la adherencia entre el sustrato y la plata especular.

Una de las fases más importantes en el proceso fabricación de espejos es la preparación de la superficie para efectuar el metalizado, en primer lugar, se trata que la superficie se encuentre limpia, libre de polvo y grasa.

Los sustratos como el policarbonato transparente y policarbonato celular vienen parcialmente protegidos con una película plástica que los mantiene limpios hasta el momento de aplicarles un pre-tratamiento, no así el vidrio que debe ser limpiado por ambas caras con jabón neutro o un limpia-vidrio asegurándose de volver a enjuagar y secar antes del pre-tratamiento. El manejo de las muestras debe hacerse con guantes de nitrilo, para evitar tocarlos directamente con las manos.

Con el fin de poder hacer comparaciones entre los parámetros de ángulo de contacto y energía de superficie de sustratos con y sin pre-tratamiento térmico proporcionado por tres medios diferentes, flama, *Plasma-clean* y corona. Se fabricaron 18 muestras de 2.5 cm X 5 cm, nueve de ellas sin metalizar y las otras nueve con recubrimiento de metalizado con plata (Figura 19).



Figura 19. Nueve muestras sin recubrimiento vidrio, policarbonato transparente y policarbonato celular (izquierda), nueve muestras con los mismos sustratos metalizados con plata (derecha).

Se utilizó un tensiómetro de gota asistido por videocámara controlada por computador, para la medición de los ángulos de contacto estáticos tanto como para los que están en avance/retroceso. Después de grabar el archivo de video este se analiza con el software **Dropshapeanalysis 4.0**, se mide el ángulo de contacto para cada una de las muestras, después con el mismo software y el valor de referencia se obtiene la energía de superficie por muestra, que reportaremos en dos comparativos, en las cuales se describen las condiciones del sustrato y los resultados obtenidos.

En general los materiales, ya sean líquidos o sólidos, tienen fuerzas superficiales; a estas fuerzas se les llama "tensión superficial" en los líquidos y "energía superficial" en los sólidos. Una gota de cualquier líquido sobre una superficie plana, formará un montículo debido a la tensión superficial. El sólido, en cambio, tratará de extenderla hacia una forma plana. Si la energía superficial es mayor que la del líquido, la gota se extenderá.

Todas las superficies tienen un cierto grado de textura microscópica que debe recubrirse para lograr una buena adherencia. Se pone en evidencia que el mojado puede lograrse, ya sea aumentando la energía superficial del sólido, o bien, la tensión superficial del líquido. La tensión superficial crítica, se refiere a la tensión superficial que se requiere en el líquido para que moje al sólido. Las tensiones superficiales críticas de los metales limpios y de los óxidos metálicos, son superiores a las del agua y de los materiales orgánicos. Los polímeros orgánicos sólidos tienen tensiones superficiales críticas inferiores a las del agua ("Man. Técnico PEGADO," n.d.).

Una forma de medir la energía superficial libre de un sólido consiste en observar el ángulo que forma un líquido de tensión superficial conocida en contacto con tal material. El ángulo de contacto es una característica interfacial independiente de la masa del líquido depositado o de sus propiedades reológicas.

Se considera que un líquido moja a un sólido cuando el ángulo de contacto es inferior a 90°. Esto sólo se produce cuando la tensión superficial del líquido es igual o inferior a la energía superficial del sustrato. En caso contrario se dice que tal líquido no moja el sólido en cuestión.

En la figura 20, se muestra el comparativo del ángulo de contacto y la energía de superficie en tres sustratos diferentes: vidrio, policarbonato cristalino y policarbonato celular mostrando sus valores previos y después de aplicarles un pre-tratamiento térmico con tres procesos distintos: *Plasma-clean*, flama y corona respectivamente.

Superficie: ángulo contacto	Tratamiento de activación de la superficie												
	Plasma-clean			Flama			Corona						
Vidrio: 19	10.1	5.1	11.9	91.2	60.3	104.76	6.82	33.8	39.9	0.25	38.3	47.52	0.5
Celular: 81.6	44.2	59.14	1.09	42.6	55.78	0.89	39.0	48.8	0.55				

Figura 20. Comparativo de ángulo de contacto ## y energía de superficie ##mN/m de sustratos de vidrio, policarbonato transparente y policarbonato celular, sin metalizar.

El valor sombreado en color amarillo es el ángulo de contacto y el sombreado verde es la energía de superficie. El valor del ángulo de contacto depende de la relación existente entre el sólido (sustrato) y las fuerzas adhesivas del líquido, además de las fuerzas cohesivas del líquido.

Es decir que el líquido moja a la superficie, cuando las fuerzas adhesivas del líquido, con la superficie del sólido son muy grandes en relación a las fuerzas cohesivas, el ángulo de contacto se encuentra cercano a los cero grados, la superficie se denominara hidrofílica y la energía de superficie es la energía

necesaria para romper los enlaces intermoleculares dando lugar a una modificación física de la superficie.

Con esta información y la comparativa mostrada en la tabla 20; podemos visualizar el tipo de sustrato, los valores del ángulo de contacto y energía de superficie de cada muestra antes y después de la modificación (pre-tratamiento térmico) que favorecerá la adherencia entre el sustrato y el metalizado, esperando aumente la energía de superficie del sustrato.

Se observa que el vidrio es más hidrofílico, que los otros dos sustratos los cuales muestran ángulos de contacto cercanos a los 90° o sea son más hidrofóbicos, antes del pre-tratamiento térmico. Después de aplicarles a cada sustrato y cada uno por separado de los tres pre-tratamientos térmicos mostraron una tendencia a disminuir el ángulo de contacto. Esta modificación de la superficie del sustrato es a nivel físico y da paso al proceso de DCP que se emplea en la metalización.

A continuación, en la Figura 21, se muestran los resultados del comparativo de superficies metalizadas, en diferentes sustratos, que también fueron tratadas térmicamente, por tres medios distintos, con el mismo fin de modificar su superficie del metalizado y en su caso ser más receptiva de un recubrimiento resistente a la intemperie.

Superficie: ángulo contacto	Tratamiento de activación de la superficie								
	Plasma-clean			Flama			Corona		
Vidrio+plata: 79.9	33.1	38.8	0.23	39.3	49.35	0.57	31.2	35.9	0.17
Policarbonato+plata: 79.9	50.7	74.78	2.33	21.1	22.45	0.02	66.7	126.39	14.47
Celular+plata: 79.9	40.2	51.04	0.65	46.6	64.52	1.45	71.8	146.69	23.65

Figura 21. Comparativo de ángulo de contacto # # y energía de superficie # #mN/m de metalizado de plata sobre sustratos de vidrio, policarbonato y celular.

En este caso se aprecia que el valor más bajo de ángulo de contacto de la superficie de plata sobre sustrato de policarbonato, con tratamiento térmico de flama, esto es importante ya que, si queremos lograr un espejo plano de primera superficie, este es el mejor candidato para la aplicación de los recubrimientos transparentes y protectores contra la intemperie.

En el caso del tratamiento térmico sobre la plata en los tres sustratos, con el corona, se tuvo especial cuidado, por la alta conductividad de la película especular y la descarga eléctrica durante el proceso.

3.3.1 Ensayo de desprendimiento *Pull-off*

Un método de prueba estándar para medir la resistencia al desprendimiento, usando probadores portátiles, según la norma ASTM D4541-17(<https://www.astm.org/Standards/D4541.htm>, consultada 17/06/19), que puede ser utilizada para medir la adherencia de diversos sustratos o recubrimientos metálicos.

Una vez metalizadas las muestras elegidas se efectuó un ensayo de desprendimiento *Pull-off*, como una de las caracterizaciones más importantes en la fabricación de los espejos, que mide la fuerza necesaria para separar el depósito de plata sobre el sustrato, esto nos refleja la adherencia del metalizado sobre la superficie del sustrato ya sea en vidrio, policarbonato transparente o policarbonato celular.

Con el fin de conocer sus características se prepararon 3 muestras:

- 1) Muestra de 2.5 X5 cm de vidrio metalizado con 6 capas
- 2) Muestra de 2.5X5 cm de policarbonato metalizado con 16 capas.
- 3) Muestra de 2.5X5 cm de celular metalizado con 16 capas

Este ensayo de desprendimiento se realizó utilizando un equipo *Positest At Automático*, a continuación, se describe:

- 1) Se seleccionan los dados de acuerdo a las dimensiones de la muestra y se limpian de perfectamente por el lado plano.
- 2) Se prepara pegamento preparado previamente en una proporción de 50/50, de acuerdo a las instrucciones del equipo.
- 3) Se colocan los dados con pegamento sobre las muestras, dejando transcurrir veinticuatro horas para lograr el secado total
- 4) Posteriormente se coloca el dispositivo de tracción en el otro extremo del dado de cada una de las muestras, activando el interruptor, el motor eléctrico genera tracción para separar del dado de la muestra y en un display se visualiza la máxima tensión utilizada en cada muestra. Resultando los valores reportado en la tabla 4.

Tabla 4. Resultados del ensayo de desprendimiento, con *Positest At-A*.

Preparación de la muestra	Tensión al desprendimiento (MPa)
Vidrio+plata (16 capas)	2.65
Policarbonato celular+plata (16 capas)	11.95
Policarbonato transparente+plata (6 capas)	>12.08 ¹

¹Valor máximo que registra el *Positest At-Automático*.

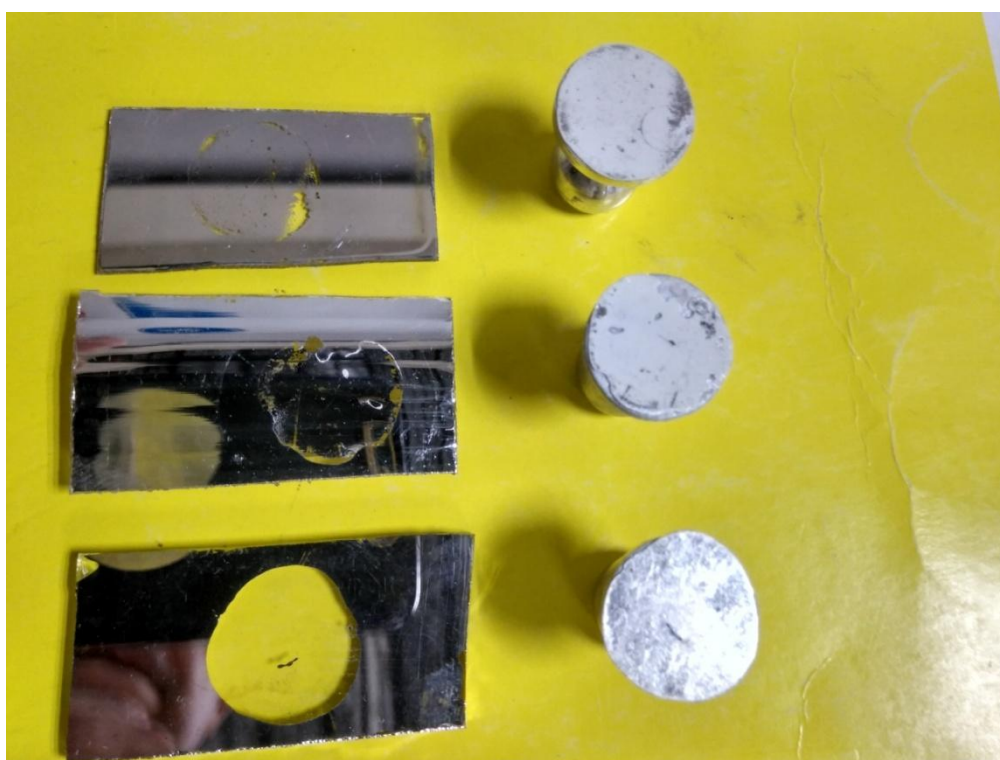


Figura 22. Resultado del ensayo de desprendimiento de las tres muestras metalizadas con plata sobre: policarbonato transparente, policarbonato celular y vidrio.

Se aprecia de la figura 22, que la muestra con menor adherencia es la de vidrio metalizado con plata, congruente con la información de la tabla 4, donde se observa que fue la que requirió menor esfuerzo para lograr un desprendimiento casi total.

Con el objeto de complementar esta prueba de adherencia, observamos las muestras bajo el microscopio óptico digital VHX-5000, empleando las herramientas del software que asiste al microscopio, se observó el porcentaje de desprendimiento, en contraste.

La muestra que requirió más esfuerzo para lograr desprender el dado de tracción fue la de policarbonato transparente metalizado con plata (16 capas), ensamblando un área representativa del desprendimiento, el software pudo calcular el porcentaje de desprendimiento del 6.1 % (Fig. 23).

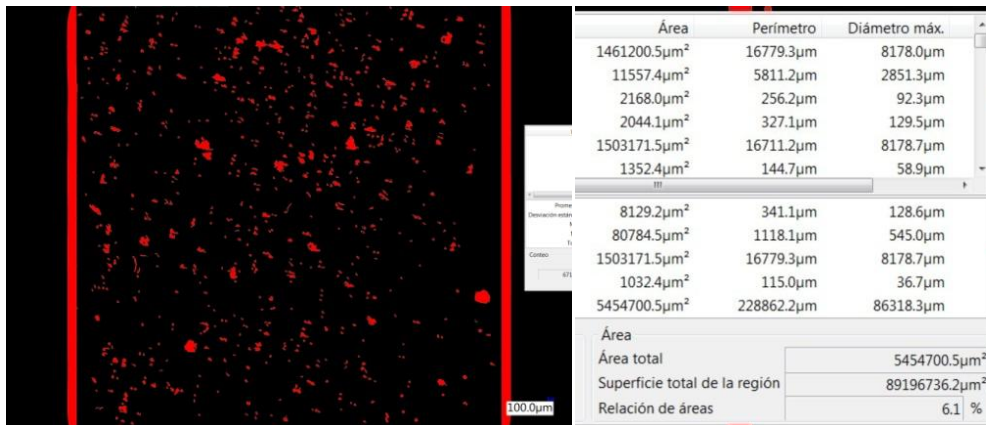


Figura 23. Imagen de microscopio digital VHX-5000, del desprendimiento *Pull-off*, para la muestra de policarbonato transparente metalizado con plata con 6.1% de porcentaje de desprendimiento.

En este mismo sentido se analizó el desprendimiento que se obtuvo con la muestra de policarbonato celular metalizado con plata, se aprecia que el desprendimiento fue mayor en el orden del 37.6 % (Fig. 24).

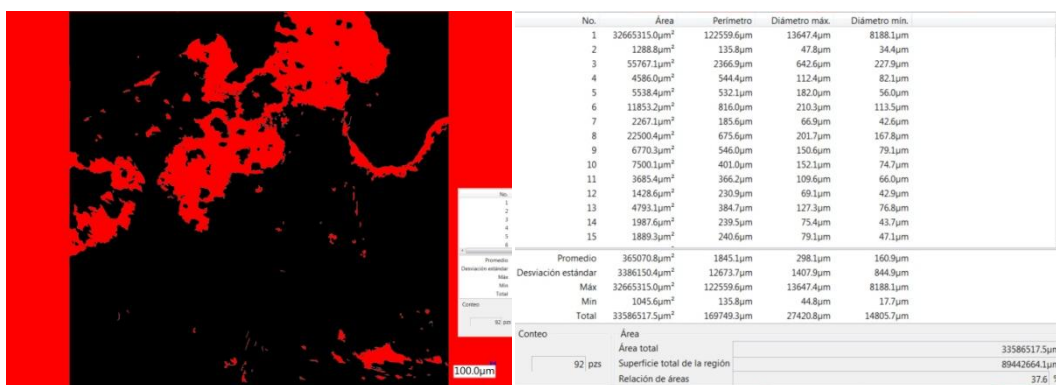


Figura 24. Imagen del microscopio óptico digital VHX-5000, del desprendimiento *Pull-off*, para la muestra de policarbonato celular metalizado con plata, en un porcentaje del 37.6 %.

La muestra de vidrio metalizado con plata prácticamente se desprendió el cien por ciento del área del dado de tracción y el microscopio óptico digital no registro del ensamble, ya que se deslumbraba por no tener capa de metalizado que contrastar.

3.3.2 Métodos de prueba estándar para evaluar la adherencia mediante prueba de cinta scotch

Es posible que un recubrimiento tenga buen aspecto y parezca continuo, medir la adhesión por la prueba de cinta, es uno de los métodos más antiguos y más comúnmente utilizados para la determinación de la adhesión de un recubrimiento sobre un sustrato metálico. De hecho, este método de prueba data de la década de 1930. La razón de su popularidad es simple El método de ensayo ASTM D3359-17(<https://www.astm.org/Standards/D3359.htm>, consultada 17/06/19) es rápido, barato y relativamente fácil de realizar.

El kit de adherencia de navaja con trama cruzada, y cinta adhesiva ofrece una evaluación instantánea de la calidad de fijación al sustrato. Debido a su estructura áspera es ideal para revestimientos finos, gruesos o duros sobre superficies lisas o curvas. Se proponen las tres muestras similares a las de la Figura 25, una de policarbonato transparente metalizada por DCP con 16 capas, otra de policarbonato celular metalizada por DCP con 16 capas y de vidrio metalizada por DCP con 6 capas.

Se procedió a utilizar este kit de adherencia de la siguiente forma:

- 1) Las superficies de las muestras deben estar libres de polvo.
- 2) Se dispone la navaja múltiple con separaciones de 1mm de separación, abarcando aproximadamente por 20 mm en dos direcciones, tratando de que ambas ortogonales del tal modo que se forme un entramado formando cuadriláteros sobre la superficie metalizada.
- 3) Se coloca la cinta adhesiva del kit sobre el entramado de la superficie, procurando que no quede aire atrapado entre ellos para despegar la cinta y al final revisar y comparar el patrón de que describe sobre el entramado con el material desprendido.
- 4) Finalmente se compara el patrón de desprendimiento obtenido, contra la tabla informativa que informa de los rangos de porcentajes de desprendimiento de acuerdo a ASTM D3359-17(<https://www.astm.org/Standards/D3359.html>, consultada 17/06/19) adecuada para materiales diversos.

A continuación, se presenta en la Figura 26, la tabla de clasificación de resultados de adherencia ASTM D3359-17, para recubrimientos, sobre sustratos y recubrimientos metálicos.

Observamos que los resultados obtenidos son congruentes, con el ensayo de tracción *Pull-off*, de la sección 3.3.1, para muestras similares.

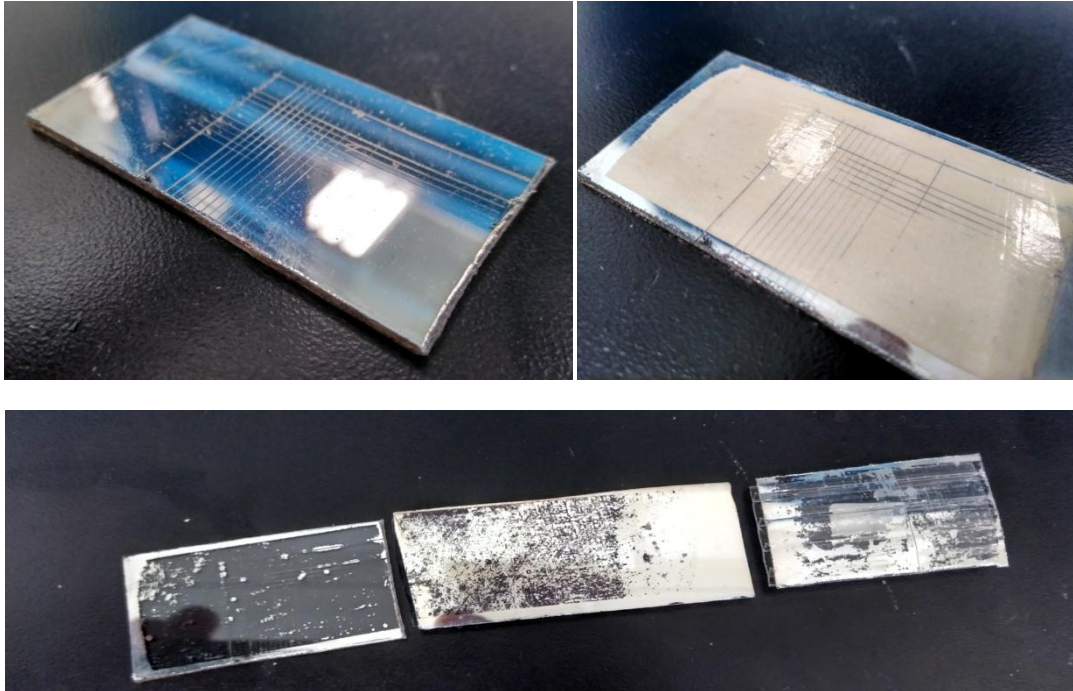


Figura 25. Rayado de muestra de policarbonato metalizada con plata y misma muestra con la cinta adhesiva colocada (arriba), muestras con patrón de desprendimiento, vidrio policarbonato transparente y policarbonato celular (abajo de izquierda a derecha).

Después de hacer las comparaciones entre las muestras ya procesadas se observaron los siguientes resultados, utilizando la referencia ASTM D 3359-17 (Figura 26). La muestra que reportó más desprendimiento fue del vidrio metalizada con plata (6 capas), como se observa en la figura 25 (abajo izquierda), según la escala que trae el propio kit, podemos clasificarla "0B", desprendimiento de más del 65% del recubrimiento y lo que se observa a simple vista es un desprendimiento total. La siguiente muestra en la misma figura 25 (abajo centro) es de policarbonato transparente metalizada con plata (16 capas), observándose menos desprendimiento del recubrimiento que según la misma norma y clasificación sería 2B que se encuentra entre 15-35% de desprendimiento. La muestra de policarbonato celular metalizada con plata (16 capas) extrema derecha de la misma figura muestran desprendimiento en el rango 35-65%, desprendimiento que la del centro, según la tabla de rangos de porcentajes sería 1B. El kit tiene una lámpara con lupa con la se observaron las muestras en la Figura 27, observamos a la izquierda el patrón de desprendimiento en policarbonato transparente, al centro en vidrio y a la derecha en policarbonato celular.

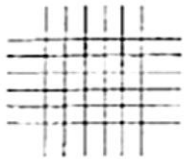




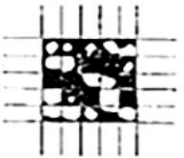
CLASSIFICATION OF ADHESION TEST RESULTS		
CLASSIFICATION	PERCENT AREA REMOVED	SURFACE OF CROSS-CUT AREA FROM WHICH FLAKING HAS OCCURRED FOR SIX PARALLEL CUTS AND ADHESION RANGE BY PERCENT
5B	0% None	
4B	Less than 5%	
3B	5 - 15%	
2B	15 - 35%	
1B	35 - 65%	
0B	Greater than 65%	

FIG. 1 Classification of Adhesion Test Results

Figura 26. Patrón de referencia para desprendimiento, según la ASTM D 3359-17 (<https://www.astm.org/Standards/D3359.html>, consultada 17/06/19).



Figura 27. Patrón de desprendimiento observado por una lupa de las 3 muestras propuestas. Orden: vidrio-policarbonato transparente-policarbonato celular.

Con el fin de apoyar estas observaciones, ingresaremos las muestras al Microscopio digital VHX-5000, para observar más a detalle el patrón de desprendimiento, haciendo uso de la herramienta de ensamble imágenes podemos observar la zona de desprendimiento de cada una de las muestras (Figura 28).

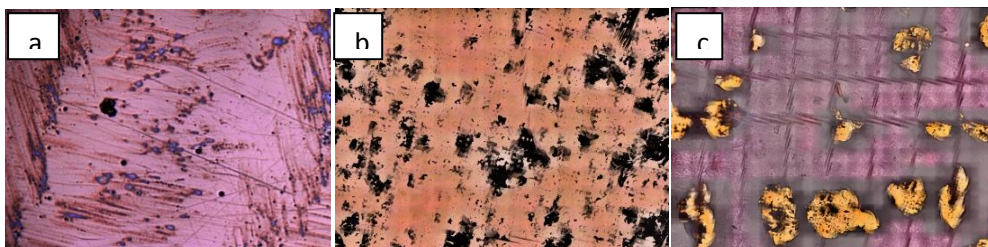


Figura 28. Patrón de desprendimiento utilizando ensamble y coloración en las 3 muestras propuestas. Orden: (a)vidrio, (b)polycarbonato transparente, (c)polycarbonato celular.

Tabla 5. Comparativo de resultados pruebas ASTM y Microscopio óptico digital.

Método	Pull-off (MPa)	VHX 5000 (% desprendimiento)	Prueba cinta scotch (% desprendimiento)	VHX 5000 (% desprendimiento)
Muestra				
Policarbonato transparente – plata	12.08	6.1	2B (15-35 %)	34.8
Policarbonato celular – plata	11.95	37.6	1B (35-65%)	39.2
Vidrio-plata	2.65	<100	0B (+ del 65%)	66.2

En la tabla 5, se resumen los resultados de ambas pruebas mecánicas para, medir la adherencia, estas pruebas son de diferente naturaleza, pero nos permiten asociar los valores obtenidos dentro de las normas ASTM, con medición del área de desprendimiento en cada una de las muestras.

3.3.3 Espectrometría de fotoelectrones inducidos por rayos X (XPS).

El método de espectrometría foto electrónica de rayos X, consiste en la medición de los espectros de los fotoelectrones inducidos de rayos X, se utiliza para estimar la estequiometría, estado químico, la estructura electrónica de los elementos, que existen en un material. Para una medición de XPS se requieren condiciones de ultra debido a que a presiones mayores la tasa de adsorción de contaminación sobre la muestra puede ser del orden de varias mono capas atómicas por segundo, impidiendo la medición de la superficie que realmente se quiere analizar.

Hemos ensayado otros recubrimientos, los de base agua como el PVA se aplican fácilmente solo vaciándolo diluido con agua sobre el metalizado, tarda aproximadamente treinta y seis horas en secar tornándose de blanco a translucido, es flexible y se adhiere bastante bien, pero no debemos olvidar que este recubrimiento es soluble en agua. Esto nos permitió obtener una prueba sobre vidrio metalizado con plata y recubrimiento de PVA, después se procedió a simular una rotura del vidrio, en la Figura 31, se aprecia que el PVA mantuvo los fragmentos del espejo unidos, considerando que en el futuro el recubrimiento será la poliurea cuyas cualidades mecánicas, elásticas y de resistencia a la intemperie son muy superiores a las del PVA.



Figura 29. Muestra de sustrato de vidrio con metalizado de plata y recubrimiento protector de PVA, destinada a ser fragmentada.

Aprovechando la fragmentación del espejo, podemos obtener una sección de la capa de plata, que queda adherida al PVA y se desprende por el peso del vidrio, esto nos permite tener una muestra de la película especular de plata donde esta se adhiere al sustrato de vidrio.

Estas muestras se analizaron con XPS, originando las siguientes graficas de lo hallado en su superficie (Figura 32)

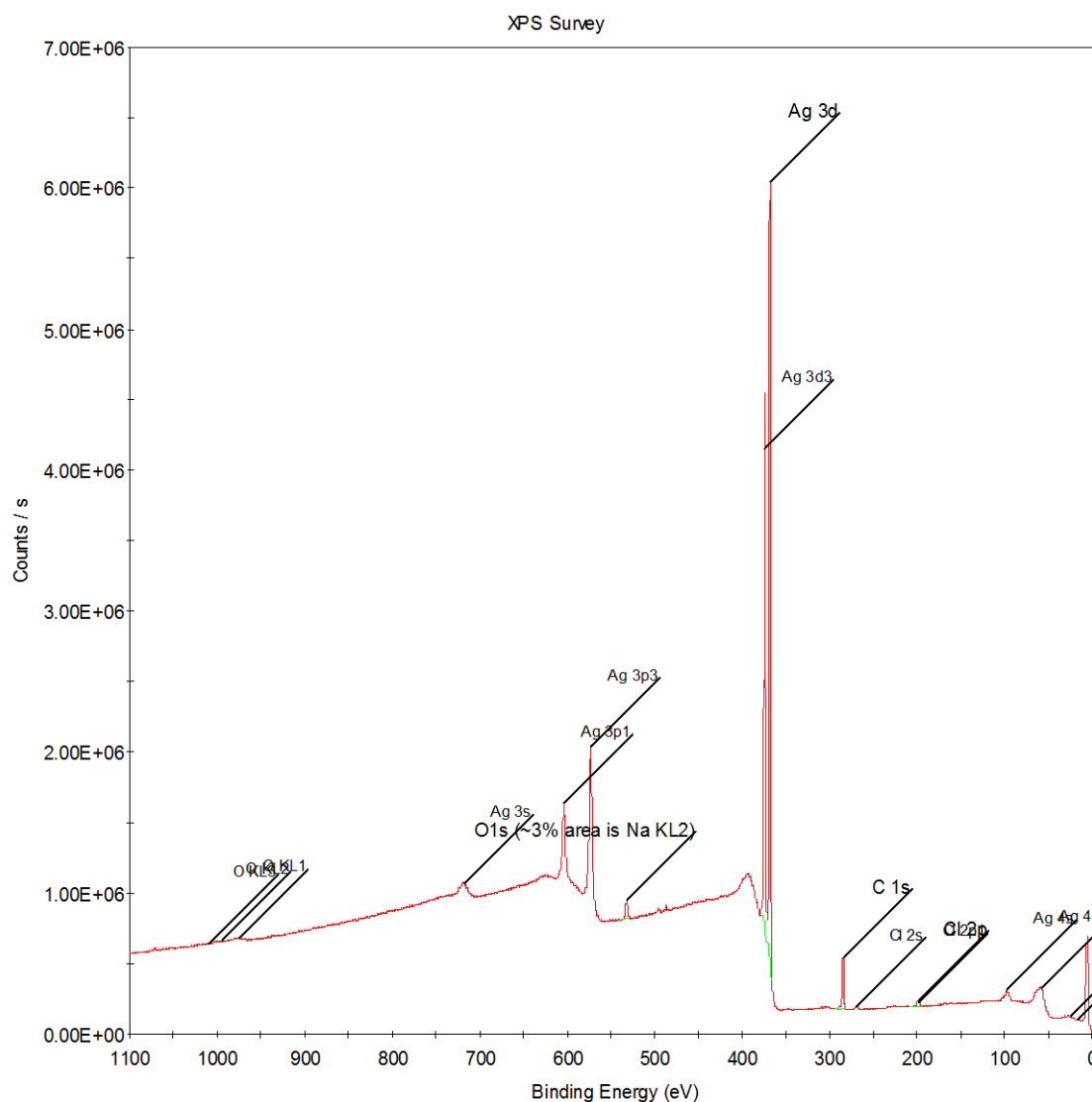


Figura 30. Grafica generada por XPS, donde se muestran las especies encontradas en la interfaz plata-vidrio.

Se detecta que en su mayoría se encuentra plata y otros elementos, como oxígeno, carbono, y cloro; lo importante es intuir su procedencia, para saber si son resultado del pre-tratamiento térmico, que se practica al sustrato, la activación, o a los componentes de las especies utilizados en el oxidante y reductor, sin descartar la simple contaminación por exposición al medio ambiente. Particularmente nos interesa la procedencia de Carbono orgánico, ya que en la literatura científica se menciona su relación directa con la adherencia

del recubrimiento. Para visualizar a detalle para el carbono, se despliegan en la Figura 33, para el carbono orgánico presente en la muestra y en la Figura 34, se presenta la referencia XPS para el carbono.

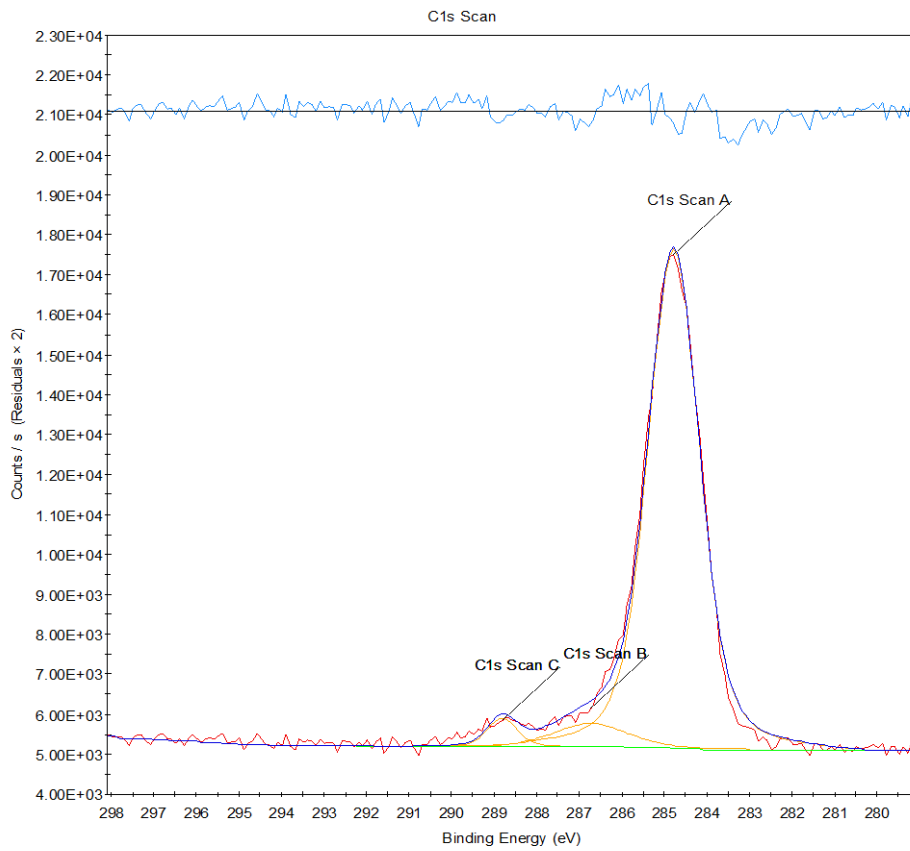


Figura 31. Gráfico de la superficie analizada con XPS para Carbono orgánico.

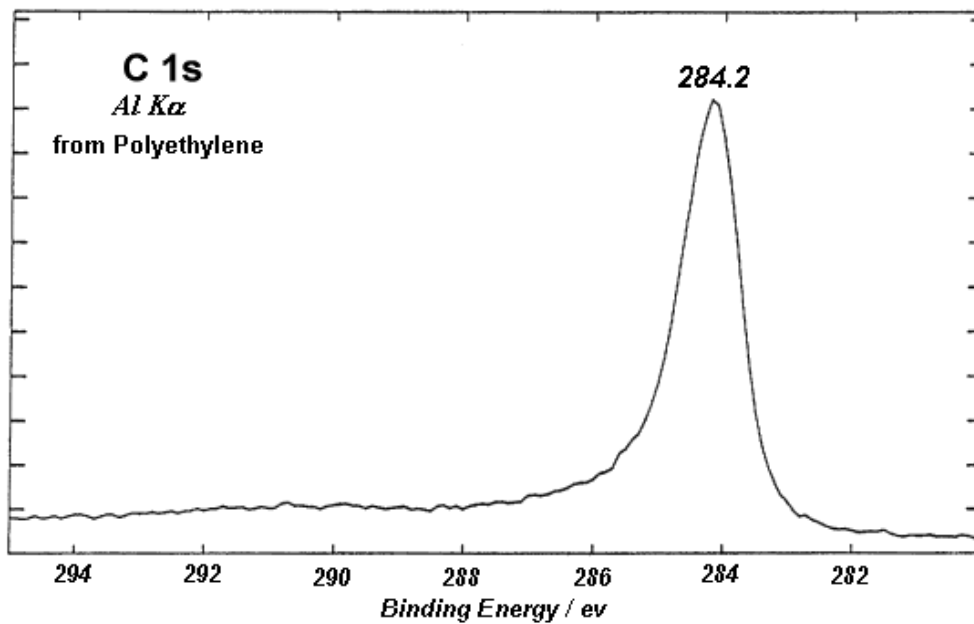


Figura 32. Gráfico de referencia XPS para Carbono orgánico.

Para Oxigeno:

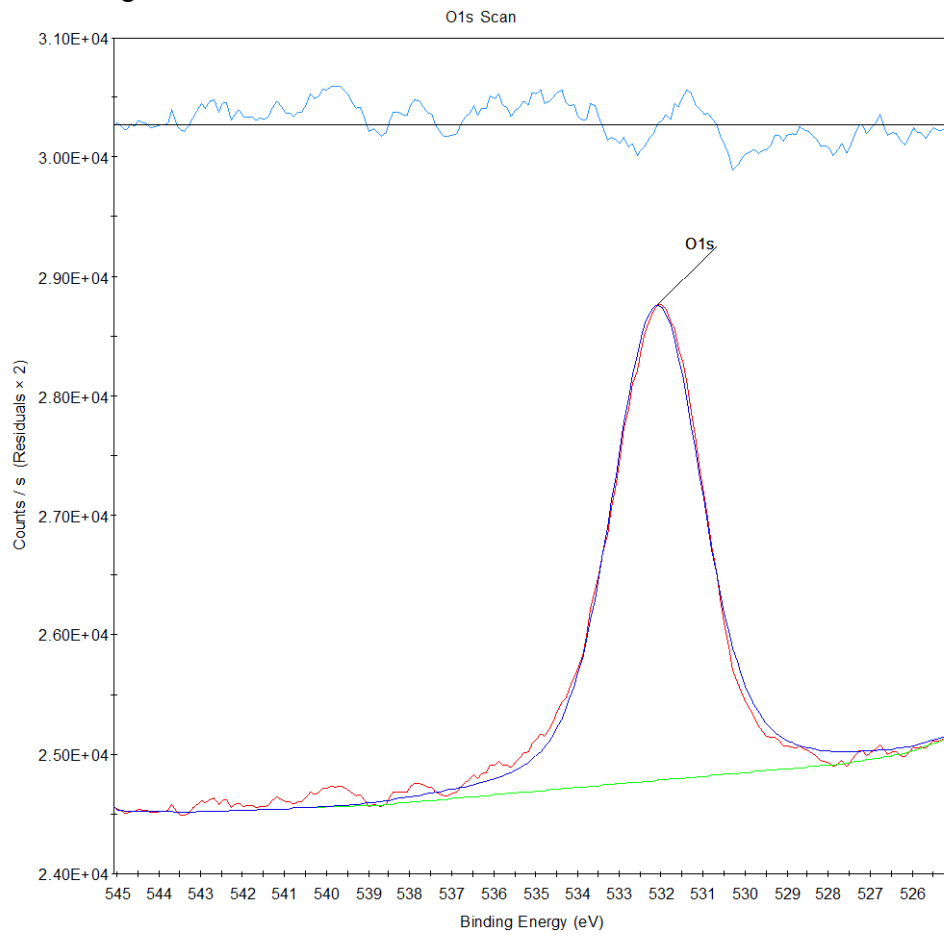


Figura 33. Grafico de la superficie analizada con XPS para Oxigeno.

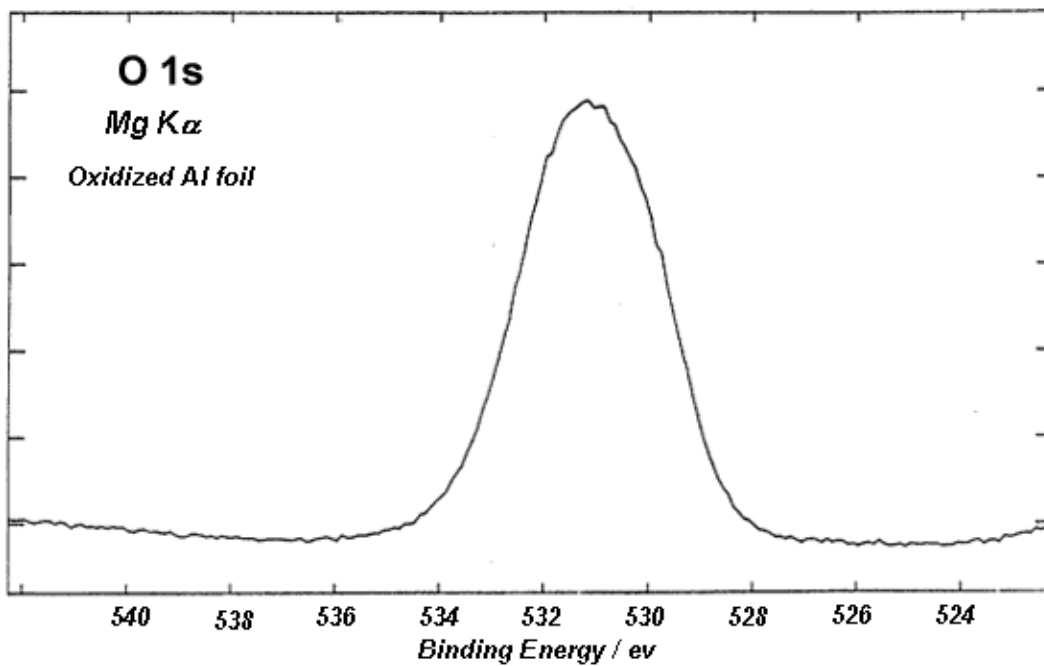


Figura 34. Grafico de referencia XPS para Oxigeno.

Y de la misma forma en la Figura 35, el grafico de la presencia de oxigeno, a continuación la Figura 36 con la referencia XPS para el oxigeno.

Se detectó la presencia de cloro, con la referencia que este elemento forma parte del activante durante el proceso de metalizado.

Lo más importante de este análisis de graficas, es que efectivamente se encuentra carbono en los grupos funcionales de la superficie y su procedencia es asociada al los grupos carbonilo, que pudieron ser restos de la combustión incompleta del gas LP, combustible utilizado en el pre-tratamiento térmico y a la contaminación inherente al medio ambiente, ya que todo el proceso de metalizado ocurre en presencia de aire y no en un medio inerte.

3.4 Espesor de los recubrimientos

Para medir el recubrimiento se cuenta con un Perfilómetro mecánico Dektak 6M *Stylus Profiler* (Figura 29), también contamos con las mismas tres muestras, la primera muestra que se ensayo fue la de vidrio metalizada con plata (6 capas), la que aparece en la Figura 22, sección 3.3.1, donde el desprendimiento es casi total.



Figura 35. Perfilómetro mecánico Dektak 6M *Stylus Profiler*, asistido con software y un ordenador.

El Dektak 6M es un instrumento que proporciona datos de perfil de una muestra, con detección vertical de un lápiz en contacto con la muestra que se mueve horizontalmente, la misma deberá ser lo más plana posible y nivelada sobre el plato de de soporte.

La resolución horizontal puede ajustarse a menos de 0.1 micrómetros dependiendo de la velocidad y longitud de escaneo; y la resolución de paso vertical está limitada por el radio de la punta de la aguja de 5-12 micrómetros, con apoyo de un microscopio óptico, una lámpara y una cámara de video donde permite observar la punta posicionada en la muestra. El perfilómetro cuenta con un software asociado que permite hacer todos los ajustes en **Origin** para generar las gráficas en un ambiente más amigable, Acomodamos la muestra de tal forma que el palpador se desplazara de la superficie de vidrio sin recubrimiento hacia el recubrimiento de plata obteniendo la gráfica que se muestra en la Figura 30 (a) y (b). En un rango de 3000 μm en la horizontal y 50 segundos de rango de tiempo, el instrumento inicia su recorrido siendo imperceptible a simple vista, pero con la asistencia del microscopio, una cámara y el software se inicia el graficado, se presta atención al momento de pasar de la superficie sin metalizar del vidrio, al recubrimiento de plata, originando un salto en la gráfica pasando los 350 μm en la horizontal, como se observa en la gráfica 30(a).

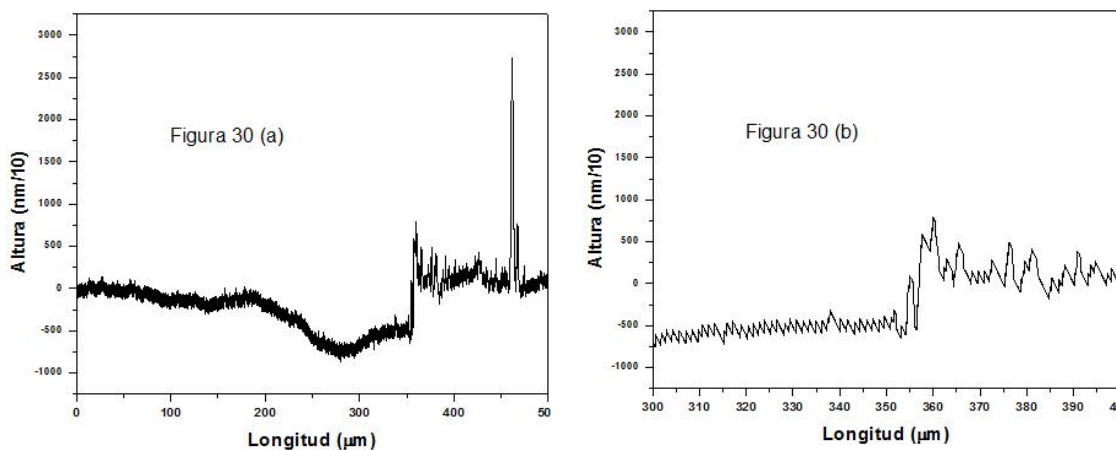


Figura 36(a) (izquierda) Gráfica en **Origin**, a partir de los datos obtenidos del software del Dektak 6M y) y Figura 30(b) (derecha). Ampliación de la gráfica en la zona del salto donde se topa con el borde la capa de plata, muestra de vidrio, metalizadas con plata (6 capas) (derecha).

Al inicio de la gráfica, se observan algunos valles, dicha ondulación que puede ser asociada al pulido del vidrio, hasta llegar a los 350 μm donde podemos apreciar un salto, que coincide con el borde del recubrimiento de plata, si amplificamos esa zona podemos medir el espesor que puede apreciarse es de 60 nm aproximadamente, no obstante el ruido en la línea que se debe a la dimensión de la punta del palpador, podemos trazar una línea imaginaria promedio antes y después del salto, que puede verse con detalle en la ampliación de ese segmento en la gráfica de la gráfica 30(b), para una muestra de vidrio metalizada con DCP con 6 capas.

De la misma forma se acomodaron las muestras de policarbonato transparente y celular, igualmente metalizados con plata (16 capas), los resultados de las

gráficas fueron confusos e imprecisos no pudiendo obtener el espesor de la plata sobre estos sustratos.

La causa principal de esto, es que las muestras de los policarbonatos no eran planas, además la muestra de policarbonato transparente mostraba una curvatura y la de policarbonato celular la misma curvatura y se resaltaba su textura de surcos propia de la forma del material, en ambos casos asociadas al pre-tratamiento térmico y tamaño de las muestras, estos defectos son más grandes que la capa especular que deseamos medir y no pueden ser diferenciados en la grafica del software. Por lo que suponemos por el número de aplicaciones en el metalizado (16 capas) su espesor estará entre los 90-100 nm.

3.5 Recubrimientos de protección

El recubrimiento de protección basado en el depósito de una película delgada de óxido de silicio por plasma polimerización propuestos fueron ensayados en todas las muestras de espejos, sobre diferentes sustratos. El procedimiento de este depósito tiene dos etapas: la primera es una limpieza con plasma-clean, seguida del depósito de óxido de silicio con plasma-plus.

Todas las muestras resultaron con cambio de coloración de la superficie especular, hasta su obscurecimiento al aumentar las aplicaciones, el montaje fijo de los cañones de plasma dificultaron la precisión para fijar una distancia, que determinaría la temperatura de la zona del plasma, en conjunto con la velocidad de aplicación del mismo haz.

Las coloraciones sobre la película especular denotan la falta de coordinación con la velocidad del haz y el tono oscuro seguramente la temperatura cercana a los 280 C, en la plata presenta oxidación en presencia de oxígeno del ambiente.

En cuanto al recubrimiento de poliuretano es bastante prometedor, en ninguna de las muestras se presento ataque del solvente a la capa especular o al sustrato en cualquiera de los casos. Tuvimos problemas de contaminación por realizar el recubrimiento en una zona de pintura, con residuos de polvo de otra pintura de diferente color que vuela al funcionar el extractor de aire de la zona.

Conclusiones

Como lo marcan los objetivos se metalizaron varias muestras de diferentes tamaños desde 2.5 x 2.5 cm, hasta 1.22 x 1.22 m en sustrato de vidrio, policarbonato transparente y policarbonato celular, por el método DCP, ensayándose diferentes recubrimientos disponibles y pruebas mecánicas estandarizadas.

Con las muestras previamente metalizadas con los sustratos propuestos se inicio el desarrollo de un prototipo de espejo de primera superficie de tres capas: sustrato-vidrio-plata-recubrimiento de protección, se lograron con buenos resultados hasta el recubrimiento de plata, sin embargo al depositar el recubrimiento de protección de óxido de silicio por plasma polimerización, el reflejo de la capa especular cambio su color y al continuar con el proceso se torno obscura, se atribuye lo sucedido a no poder controlar los parámetros de aplicación de este recubrimiento, principalmente la temperatura, distancia, velocidad y numero de aplicaciones, debido al montaje fijo del equipo de plasma polimerización, adicionalmente se ensayo este recubrimiento en las muestras de ambos policarbonatos con los mismos resultados sobre la superficie especular, además de la deformación de los sustratos de policarbonato por la temperatura de aplicación. No obstante este resultado, se envió, las muestras en sustrato de vidrio para la aplicación del recubrimiento con poliurea en la parte posterior del sustrato, cumpliendo con la expectativa de mejorar el manejo del espejo y sus propiedades mecánicas. En cuanto al recubrimiento de protección de poliuretano se aplico sobre la superficie especular en todas las muestras con buenos resultados, no ataca a la superficie reflejante, ni al sustrato, pero debe ser aplicado en una cabina cerrada para evitar su contaminación.

Utilizando la microscopia de barrido electrónica (SEM), con analizador de energía reflejada de rayos X (EDS), se describe la composición de la superficie del metalizado, donde se evidencia la presencia de plata. Con la asistencia del microscopio óptico digital se aprecia que la capa especular es homogénea y continua, la imágenes detectar la forma de la superficie especular, pero no se pudo medir la rugosidad, debido a la naturaleza reflejante de la capa, que se puede decir deslumbra a la lente del equipo.

Fue posible medir el espesor de la capa especular en la muestra con sustrato de vidrio, apoyados de un perfilómetro mecánico, la capa midió aproximadamente 60 nanómetros, esta muestra tenia con 6 capas de metalizado. En cuanto a las muestras de los policarbonatos no fue posible medir el espesor de la capa especular debido a la deformación del sustrato, motivado por el pre-tratamiento térmico previo a la metalización. En cuanto a la adherencia en la interfaz sustrato-capa especular del espejo, fueron ensayadas otra serie de muestras específicas para este fin y con métodos mecánicos

normalizados por ASTM, estimándose así los rangos de adherencia. El mejor resultado para la muestra de sustrato de policarbonato transparente, en seguida la de policarbonato celular y finalmente la de vidrio, se resalta que hasta el momento no se contaba con una medición cuantitativa del porcentaje de desprendimiento y mediante asociar resultados de estas pruebas mecánicas, con la cuantificación del área de desprendimiento, obtenido con el microscopio óptico digital. En el mismo tenor, siendo la muestra en sustrato de vidrio la de menor adherencia, utilizando un recubrimiento auxiliar fue posible una muestra de la capa especular directamente en contacto con el sustrato de vidrio. Analizando con XPS, se constata presencia de plata, cloro, oxígeno y carbono de procedencia orgánica asociado probablemente al pre-tratamiento térmico con flama de gas LP por el proceso DCP. Estos resultados contrastan con los reportados en la literatura científica que relacionan la adherencia, con la presencia de carbono en los grupos funcionales que se encuentran en la interfaz, resaltamos que, en nuestro caso la adherencia fue ligeramente inferior, 2.65 MPa contra 2.8-3.2 del método más cercano, aseverando así nuestra hipótesis.

Durante la realización de las muestras, se determinaron los parámetros que influyen en la calidad de un metalizado sobre un sustrato. Los que pueden ser controlados son la velocidad y distancia de aplicación; el número, patrón y traslape de la capas de metalizado. La calibración de la presión en la estación de metalizado, el nivel de iluminación durante el proceso. Como este proceso se realiza a temperatura ambiente, depende de la época del año cuando se realice el proceso, observándose mejores resultados durante el invierno.

Perspectivas

Prototipos

Nuestra perspectiva al futuro es concebir un prototipo donde puedan utilizarse los espejos desarrollados, del cual mostramos un diseño nuevo para la estructura del soporte para el concentrador de canal parabólico, pensado en la necesidad que sea de bajo peso, ajustable a diferentes posiciones (ángulo de inclinación de la ceja de fijación) y lo más importante que sea abatible, con el propósito que en caso de desarmarlo ocupe poco espacio de almacenaje.

Se propone el montaje de un espejo plano flexible (Figura 37), sobre una base de soporte universal, que pueda tomar su forma, con tensores laterales del espejo al soporte, de modo que pueda modificarse su forma según cálculos que se dan más adelante.

La dificultad principal de este diseño es que no soporta cargas de viento regulares, pero es muy fácil variar su geometría solo con ajustar los tensores.



Figura 37. Montaje del concentrador de canal parabólico, utilizando un espejo plano flexible de segunda superficie, en sustrato de policarbonato transparente de 1.5 mm espesor.

Dentro de las muestras, ensayadas en este trabajo, se fabricaron espejos planos flexibles sobre policarbonato celular de 6 mm, estos son candidatos por las características y uso el del material para tomar una forma semicircular o parabólica, por su utilización para techar jardines o terrazas con claros de regular tamaño, con solo soportes laterales, además hemos podido obtener un espejo de primera superficie con recubrimiento de poliuretano transparente base solvente, pudiéndolo desarrollar en tamaños de 2.44 x 1.22 m y con un diseño de concentrador cilindro-parabólico CPC, cuyas premisas sean, que

pueda construir con materiales disponibles, de costo razonable, versátiles para adaptarse a cualquier terreno, ligero, resistente y desarmable, como se propone en la Figura 38.

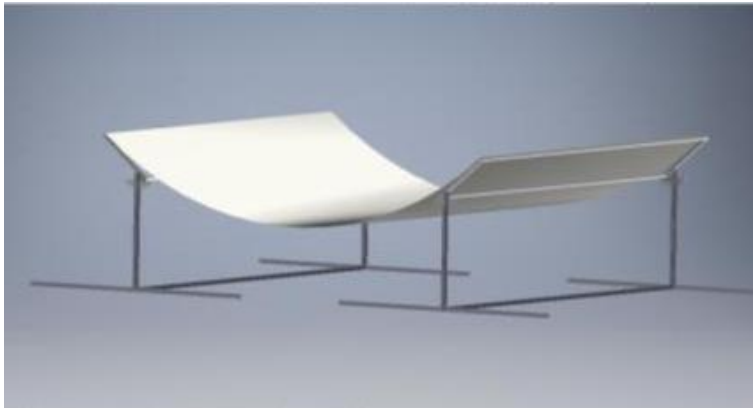


Figura 38. Propuesta inicial de una base de soporte modular para sostener y mantener la forma de un CPC, con un espejo plano semiflexible en sustrato de policarbonato celular de 6 mm de espesor.

A continuación, mostramos el resumen de cálculos simples donde solo relacionan la distancia focal con la longitud del arco de la función en el intervalo deseado.

Datos:

$$4.59=L/p$$

$$L= 2.44 \text{ m}$$

$$4p=2.1264, \text{ por lo tanto } p=0.531$$

Donde:

p es la distancia focal

L es la longitud del arco de la función

Que tomando en cuenta los materiales empleados, se logrará la adecuada reflexión al foco de la parábola propuesta.

$$y=x^2/2.1264$$

Haciendo la comprobación de los valores L y p :

$$L = \int \sqrt{(1+x^2/2.1264)} dx = 2.44 \text{ u}$$

Evaluada entre los límites sobre el eje de las abscisas -1.0632 y 1.0632 esto puede obtenerse, haciendo la consideración que el vértice de la parábola se encuentra en el origen y se desplaza hacia arriba sobre el eje de ordenadas (Figura 39)

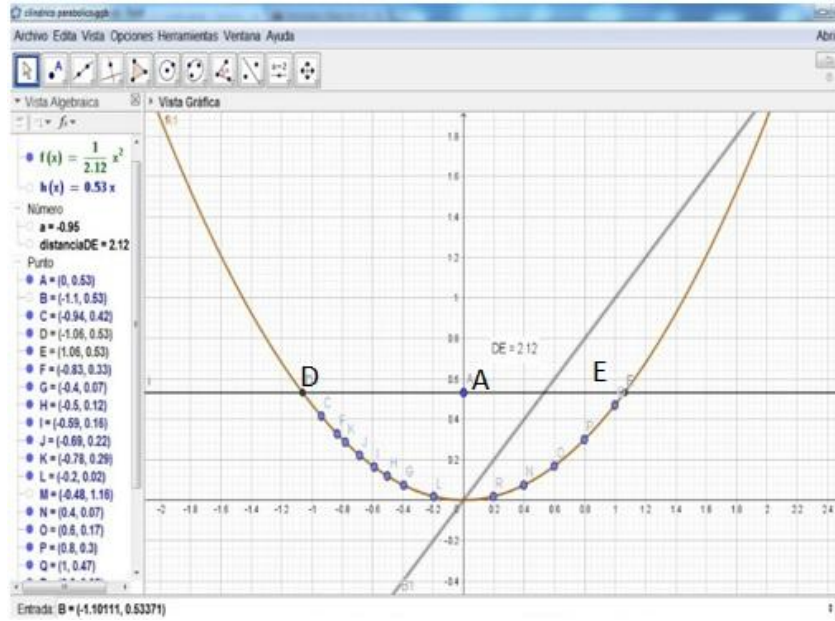


Figura 39. Parábola recreada en *Geogebra*, con la relación de longitud/ foco de 4.59.
 El punto focal se ubica en el punto A y la longitud de la parábola es 2.44 m entre los puntos D y E.

Referencias

- A. K. Hassan, R. D. Gould, A. G. Keeling y E. W. Williams. «Electronic Conduction Processes in Pt-Doped Tin Oxide Thin Films Prepared by RF Magnetron Sputtering». *J. Mat. Sci.:Mat. in Elec*, 5, 310 (1994).
- Barlev, D., Vidu, R., & Stroeve, P. (2011). Innovation in concentrated solar power. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 95(10), 2703–2725. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2011.05.020>
- Brogren, M., Helgesson, A., Karlsson, B., Nilsson, J., & Roos, A. (2004). Optical properties, durability, and system aspects of a new aluminium-polymer-laminated steel reflector for solar concentrators. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 82(3), 387–412. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2004.01.029>
- Buček, A., Brablec, A., Kováčik, D., Šťáhel, P., & Černák, M. (2017). Glass bond adhesive strength improvement by DCSBD atmospheric-pressure plasma treatment. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 78, 1–3. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2017.06.017>
- Catalizador, B. B., & Superficie, P. D. E. L. A. (1998). Carta técnica 1., 1–4.
- Chen, D., Zhang, Y., Bessho, T., Kudo, T., Sang, J., Hirahara, H., ... Kang, Z. (2015). Formation of reflective and conductive silver film on ABS surface via covalent grafting and solution spray. *Applied Surface Science*, 349, 503–509. <https://doi.org/10.1016/J.APSUSC.2015.05.039>
- Coatings, C., Products, R. C., Applica-, E., Tape, S., Paint, T., & Materials, R. (2014). Standard Test Methods for Measuring Adhesion by Tape Test 1, 1–8. <https://doi.org/10.1520/D3359-09E02.2>
- Fernández-García, A., Cantos-Soto, M. E., Röger, M., Wieckert, C., Hutter, C., & Martínez-Arcos, L. (2014). Durability of solar reflector materials for secondary concentrators used in CSP systems. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 130, 51–63. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2014.06.043>
- García-Segura, A., Fernández-García, A., Ariza, M. J., Sutter, F., & Valenzuela, L. (2016). Durability studies of solar reflectors: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 62, 453–467. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2016.04.060>
- Kennedy, C. E., & Terwilliger, K. (2005). Optical Durability of Candidate Solar Reflectors. *Journal of Solar Energy Engineering*, 127(2), 262. <https://doi.org/10.1115/1.1861926>
- Lyon, E. C. De. (2003). DOCTEUR DE L ' ECOLE CENTRALE DE LYON Spécialité : Chimie Elaboration et Caractérisation de films de cuivre par la méthode de dépôt chimique dynamique.
- Manual Técnico PEGADO. (n.d.). *Manual Técnico PEGADO*, 1–76.
- Monreal, J. (2007). Diseño de un concentrador solar lineal tipo fresnel de baja

entalpía para calor de procesos, 1–24. Retrieved from <http://www.cie.unam.mx/~ojs/pub/Tesis/7.pdf>

- Morgan, R., & Myers, R. D. (1948). A study of chemically deposited silver mirrors. *Journal of the Franklin Institute*, 246(5), 363–376. [https://doi.org/10.1016/0016-0032\(48\)90343-3](https://doi.org/10.1016/0016-0032(48)90343-3)
- Múgica-Vidal, R., Alba-Elías, F., Sainz-García, E., & Pantoja-Ruiz, M. (2017). Atmospheric pressure air plasma treatment of glass substrates for improved silver/glass adhesion in solar mirrors. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 169, 287–296. <https://doi.org/10.1016/J.SOLMAT.2017.05.034>
- Nieto, E., & Fernandez, F. (1994). Películas delgadas: fabricación y aplicaciones. *Cerámica y Vidrio*, 258, 245–258. <https://doi.org/10.1109/CIMSA.2005.1522864>
- Pulpytel, J., Kumar, V., Peng, P., Micheli, V., Laidani, N., & Arefi-Khonsari, F. (2011). Deposition of organosilicon coatings by a non-equilibrium atmospheric pressure plasma jet: Design, analysis and macroscopic scaling law of the process. *Plasma Processes and Polymers*, 8(7), 664–675. <https://doi.org/10.1002/ppap.201000121>
- Recomendados, U. Poliurea(2010). Información técnica, 11–13.
- Testing, A. (n.d.). Measurement of Adhesion Strength, 1–4.
- Stremsdoefer, G, Fares K.A. (1997) “Procède direct de revêtement métallique par projection de solutions aqueuses sur tout type de substrats”patente Francesa Nº 2763962, extensión internacional nº 9854378(1997).
- ASTM D4541 -17 *Standard Test Method for Pull-Off Strength of Coatings Using Portable Adhesion Testers*. (<https://www.astm.org/Standards/D4541.htm>, consultada 17/06/19)
- ASTM D3359 -17 *Standard Test Methods for Rating Adhesion by Tape Test*<https://www.astm.org/Standards/D3359.htm>, consultada 17/06/19