

Mecanismos de transporte superficial en hielo: energía relativa de
borde de grano en hielo puro

por Damián Stoler Flores

Presentado ante la Facultad de Matemática, Astronomía y Física
como parte de los requerimientos para la obtención del grado de
Doctor en Física de la

UNIVERSIDAD NACIONAL DE CÓRDOBA

abril, 2022

©FaMAF – UNC 2022

Director: Dr. Carlos Leonardo Di Prinzio



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).

Resumen

La evolución de la superficie del hielo depende de los procesos físicos de transporte de materia en la superficie del hielo y de las condiciones ambientales existentes.

A lo largo del trabajo se estudió experimentalmente los fenómenos de transporte de materia sobre la superficie de hielo puro y en la determinación de los parámetros físicos que los caracterizan. Se hizo hincapié en el estudio de la energía relativa superficial de borde de grano en hielo puro, definida como γ_{bg}/γ_s , donde γ_{bg} es la energía del borde de grano y γ_s es la energía superficial. Todas las muestras cristalinas de hielo fueron producidas a partir de agua destilada filtrada (con una concentración de impurezas menor a las 10^{-2} ppm). Las muestras de hielo fueron producidas bajo las mismas condiciones de impurezas y conductividad registradas en el hielo de capas polares.

Mediante una celda criogénica transparente se observó la evolución de procesos difusivos sobre la superficie del hielo puro por medio de microscopía óptica de transmisión. Se determinó el coeficiente de auto-difusión superficial del hielo puro observando la evolución de la forma del surco del BG. Se observó también un comportamiento cuasi-líquido de la superficie hielo para la temperatura cerca del punto de fusión del hielo, lo que podría tener una fuerte influencia sobre las tasas de reacción con los gases atmosféricos.

Se construyó además una celda criogénica metálica para la observación mediante microscopía confocal láser de la evolución del borde de grano y otros defectos superficiales en el hielo en contacto con su vapor. Con esa celda se obtuvo la evolución de la forma del surco del borde de grano y de una depresión en una muestra bicristalina de hielo con orientación $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 50^\circ$ a temperatura $T = -5^\circ\text{C}$; Se comprobó que la difusión gaseosa domina el proceso de evolución temporal del surco y de la depresión. También se pudo observar que el coeficiente de difusión gaseosa que mejor representa nuestro experimento es igual al reportado por otros autores en sus publicaciones.

Finalmente, se midió γ_{bg}/γ_s para borde de grano en bicristales puros de hielo tipo $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$ y del tipo $\langle 0001 \rangle / \varphi$ siendo φ la desorientación angular entre los granos del bicristal. También se estudiaron para cada muestra diferentes inclinaciones del borde de grano denominada α que representaba la inclinación angular del borde de grano respecto del plano de simetría para la desorientación estudiada. Las muestras cristalinas fueron estudiadas para las temperaturas $T = -5^\circ\text{C}$ y $T = -18^\circ\text{C}$.

La medición de γ_{bg}/γ_s se realizó a partir de la forma adoptada por el borde de grano cuando el mismo emerge a la superficie de la muestra. La reconstrucción tridimensional de la forma fue a partir de micrografías confocales de réplicas plásticas de la superficie de hielo.

La energía relativa γ_{bg}/γ_s depende de φ y de α , mostrando una mayor variabilidad a -18°C . Todas las muestras estudiadas muestran que γ_{bg}/γ_s es mayor para bordes de grano asimétricos ($\alpha \neq 0^\circ$) que para bordes de grano simétricos ($\alpha = 0^\circ$). Finalmente, los valores de γ_{bg}/γ_s fueron comparados con una estructura de borde de grano basada en un modelo de facetas. El modelo

de facetas consiste en describir la estructura del borde de grano como una sucesión de escalones caracterizados por los planos más densos y simétricos de la red de sitios de coincidencia. La energía relativa a $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ es significativamente menor que para $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$, sobretodo para las muestras $\langle 0001 \rangle / \varphi$; haciendo en muchos casos las variaciones indistinguibles entre sí para la técnica experimental utilizada. En las muestras $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$ se observó que las formas del borde de grano en eran asimétricas en bicristales donde el plano basal era paralelo al borde de grano.

Los datos obtenidos en las diferentes experiencias proveen información de la naturaleza del borde de grano en hielo puro y superficie de hielo puro. Pueden ser utilizados en modelos de crecimiento de grano, difusión de contaminantes, interacción de burbujas con el borde de grano, etc., para un mejor entendimiento del clima pasado mediante la estructura de hielos permanentes.

Abstract

The evolution of the ice surface depends on the physical processes of matter transport on the ice surface and the existing environmental conditions.

Throughout the work, we studied experimentally the phenomena of matter transport on the surface of pure ice and the determination of the physical parameters that characterize them. Emphasis was placed on the study of the relative surface energy of the grain boundary defined as γ_{bg}/γ_s , where γ_{bg} is the grain boundary energy and γ_s is the surface energy. All the ice crystal samples were produced from filtered distilled water (with an impurity concentration of less than 10^{-2} ppm). The ice samples were produced under the same conditions of impurity and conductivity recorded in polar ice sheets.

Using a transparent cryogenic cell, the evolution of diffusive processes on the surface of pure ice was observed by means of optical transmission microscopy. The surface self-diffusion coefficient of pure ice was determined by observing the shape evolution of the grain boundary groove. A quasi-liquid behavior of the ice surface was also observed for a temperature near the melting point of the ice, which could have a strong influence on the reaction rates with atmospheric gases.

In addition, a metallic cryogenic cell was built for the observation by means of confocal laser microscopy of the evolution of the grain boundary and other surface defects on ice in contact with its vapor. With this cell, the evolution of the shape of the grain boundary groove and also of a depression were obtained both in a bicrystalline ice sample with an orientation of $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 50^\circ$ at a temperature of $T = -5^\circ\text{C}$.

It was observed that gaseous diffusion dominates the temporal evolution process of both groove and depression. It was also observed that the gaseous diffusion coefficient that best represents our experiments is the same as the reported by other authors in their publications.

Finally, the values of γ_{bg}/γ_s were measured for grain boundary of pure ice bycrystals of the type $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$ and $\langle 0001 \rangle / \varphi$, being φ the angular misorientation between the grains of the bycrystal. Different inclinations of the grain boundary denoted by α , representing the angular inclination of the grain boundary with respect of the plane of symmetry for the misorientation studied. The crystalline samples were studied for the temperatures of $T = -5^\circ\text{C}$ and $T = -18^\circ\text{C}$.

The measurement of γ_{bg}/γ_s was made from the shape adopted by the grain boundary when it emerges at the sample surface. Three-dimensional reconstruction of the shape was made from confocal micrographs of plastic replicas of the ice surface.

The relative energy γ_{bg}/γ_s depends on φ and α , showing higher variability at $T = -18^\circ\text{C}$. All samples studied show that γ_{bg}/γ_s is higher for the asymmetric grain boundaries ($\alpha \neq 0^\circ$) than the symmetric grain boundaries ($\alpha = 0^\circ$). Finally, the values of were compared with a grain boundary structure based on the faceting model. The faceting model consists of describing the grain boundary structure as a succession of steps characterized by the denser and most symmetrical planes of the coincidence sites lattice. The relative energy at -5°C

is significantly lower than for $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$, especially for the $\langle 0001 \rangle/\varphi$ samples; making in many cases the variations indistinguishable from each other for the experimental technique used. For the $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ samples it was observed that the grain boundary shapes were asymmetric in bicrystals where the basal plane was parallel to the grain boundary.

The data obtained in the different experiments provide information about the nature of the grain boundary in pure ice and pure ice surface. They can be used in models of grain growth, diffusion of contaminants, bubble interaction with the grain boundary, etc., for a better understanding of past climate through the structure of permanent ice.

“If science is to progress, what we need is the ability to experiment.”

– **Richard P. Feynman**

Agradecimientos

Tanto mi madre, como a Guillermo Aguirre y Carlos Di Prinzio; personas sin las cuales este trabajo no hubiera sido posible.

Tabla de contenido

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Resumen..... | iii |
| Abstract | v |
| Agradecimientos | ix |
| 1 Introducción Teórica | 1 |
| 1.1 Estructura cristalina del hielo Ih..... | 1 |
| 1.2 Borde de grano..... | 3 |
| 1.3 Estructura de borde de grano | 8 |
| 1.3.1 Borde de grano tilt simétrico | 8 |
| 1.3.2 Borde de grano tilt asimétrico..... | 15 |
| 1.4 Formas del surco del borde de grano en la superficie del hielo puro..... | 18 |
| 1.5 Energía relativa de borde de grano en hielo | 22 |
| 2 Materiales y métodos | 25 |
| 2.1 Técnica general | 25 |
| 2.1.1 Réplicas plásticas..... | 25 |
| 2.1.2 Producción de monocristales de hielo | 30 |
| 2.1.3 Obtención de muestras bicristalinas de hielo | 35 |
| 2.1.4 Réplicas en anillos | 38 |
| 2.1.5 Determinación de la inclinación α del borde de grano sobre la superficie de bicristales $\langle 0\ 0\ 0\ 1 \rangle / \phi$ | 45 |
| 2.1.6 Determinación de la inclinación α del borde de grano sobre la superficie de bicristales $\langle 1\ 1\ -2\ 0 \rangle / \phi$ | 47 |
| 2.2 Estudio de los mecanismos de formación del surco del borde de grano: observación directa de muestras de hielo con microscopio óptico | 48 |
| 2.2.1 Montaje experimental..... | 48 |
| 2.2.2 Análisis de las micrografías | 50 |
| 2.3 Método para el estudio de la energía relativa del borde de grano | 52 |
| 2.3.1 Observación directa de la superficie de hielo por microscopía confocal láser... | 52 |
| 2.3.2 Medición de la energía relativa superficial del BG..... | 54 |
| 3 Resultados experimentales y discusión | 59 |
| 3.1 Observación directa de la evolución del surco del borde de grano en hielo puro mediante microscopio óptico | 59 |
| 3.2 Evolución de la forma del surco del borde de grano: observación directa del borde de grano en la superficie del hielo puro..... | 61 |
| 3.3 Energía relativa del borde de grano en muestras $\langle 1\ 1\ -2\ 0 \rangle / \phi$ | 65 |
| 3.4 Energía relativa de borde de grano en muestras $\langle 0\ 0\ 0\ 1 \rangle / \phi$ | 73 |
| 4 Conclusiones..... | 83 |

| | | |
|-----|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 4.1 | Observación directa de la evolución del surco del borde de grano en hielo puro mediante microscopio óptico | 83 |
| 4.2 | Evolución de la forma del surco del borde de grano: observación directa del borde de grano en la superficie del hielo puro..... | 83 |
| 4.3 | Energía relativa de borde de grano en muestras $\langle 1\ 1\ -2\ 0 \rangle / \varphi$ | 83 |
| 4.4 | Energía relativa de borde de grano en muestras $\langle 0\ 0\ 0\ 1 \rangle / \varphi$ | 84 |
| 4.5 | Técnicas de laboratorio desarrolladas | 85 |
| 4.6 | Trabajos a futuro | 85 |
| | Referencias..... | 87 |
| | Apéndice A. Perfiles de borde grano en muestras $\langle 1\ 1\ -2\ 0 \rangle / \varphi$ | 93 |
| | Apéndice B. Perfiles de borde grano en muestras $\langle 0\ 0\ 0\ 1 \rangle / \varphi$ | 181 |
| | Apéndice C. Energía relativa superficial de borde de grano en hielo – Tablas de valores..... | 217 |
| | Apéndice D. Abreviaturas..... | 225 |

1 Introducción Teórica

Los gases atmosféricos y las impurezas químicas pueden almacenarse y transformarse químicamente en el hielo troposférico. Las impurezas son rechazadas durante la congelación del hielo hacia los límites de los granos, las superficies libres del hielo o las inclusiones. Sin embargo, la nieve superficial y el hielo troposférico pueden estar expuestos a temperaturas cálidas y, finalmente, los gases atmosféricos y las impurezas químicas pueden liberarse al medio ambiente. Es importante estudiar la estructura de la superficie y los mecanismos de transporte a temperaturas cercanas al punto de fusión, ya que la localización de las impurezas y sus interacciones con las moléculas de agua en el hielo aún no están suficientemente explicadas.

El primer contacto del hielo con gases contaminantes es a través de la superficie y la interface entre los cristales (llamada borde de grano) [1]. Las propiedades superficiales [2] o de los bordes de grano del hielo [3] [4] han sido estudiadas por numerosos autores a fin de poder determinar parámetros físicos necesarios para cuantificar la interacción del hielo con los contaminantes. La movilidad de los bordes de grano (BG) en muestras de hielo puro y contaminado [5] o el coeficiente de difusión en muestras de hielo a presión controlada [6], son algunos de los ejemplos de cantidades físicas necesarias para estudiar el comportamiento del hielo.

Un fenómeno de transporte que ocurre en la superficie del hielo puede ser estudiado a través de la evolución temporal de marcas o estructuras presentes sobre la superficie del hielo. Por ejemplo: el surco de un BG generado en la intersección del BG con la superficie libre de la muestra, protuberancias y rayas u otras marcas sobre la superficie.

Inicialmente haremos una breve descripción de la estructura cristalina del hielo y de su sistema de índices de Miller a fin de tener más claridad en los conceptos que se van a manejar más adelante. Seguiremos con una breve descripción de los bordes de grano en hielo y la de los modelos que describen su estructura. Continuaremos presentando las características del surco de un BG y rayas o marcas sobre la superficie, detallaremos también todos los mecanismos posibles de transporte superficial que gobiernan la evolución del surco de un BG y rayas o marcas sobre la superficie. Finalmente, mediante la determinación de la forma del surco del BG se detalla cómo puede determinarse la energía relativa de los BG.

1.1 Estructura cristalina del hielo Ih

El agua pura (H_2O) en estado sólido es denominada hielo. El hielo está constituido por enlaces puente hidrógeno de fundamental importancia, y es el ejemplo más simple de material constituido por este tipo de enlace [7]. La comprensión de la configuración superficial de dichos enlaces moleculares es clave para comprender el impacto del hielo sobre sistemas climáticos y biológicos.

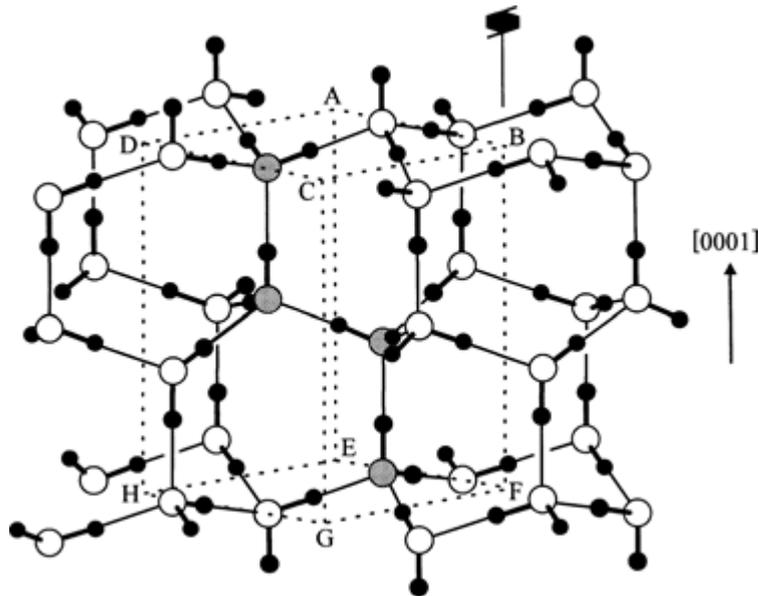


Figura 1.1. La estructura cristalina del hielo Ih; Los átomos de oxígeno se presentan con esferas blancas y grises, mientras que los átomos de hidrógeno son representados por esferas negras. La celda unitaria de la estructura promedio es marcada ABCDEFGH, y los cuatro átomos de oxígeno contenidos dentro de la celda se muestran en color gris [8].

Bajo presiones atmosféricas terrestres y temperaturas debajo de 0 °C, los cristales de hielo forma ciertas estructuras relacionadas con la simetría hexagonal. Esta fase cristalina hexagonal recibe el nombre de hielo Ih y su estructura se corresponde con la propuesta por Pauling [9] e ilustrada en la Figura 1.1. En esa figura se representa la estructura cristalina del hielo Ih; los átomos de oxígeno se presentan con esferas blancas y grises, mientras que los átomos de hidrógeno son representados por esferas negras. La celda unitaria es marcada ABCD-EFGH, y los cuatro átomos de oxígeno contenidos dentro de la celda se muestran en color gris.

Para denotar planos y direcciones en una red del tipo hexagonal, es conveniente emplear la notación de Miller-Bravais:

- $\{hklm\}$ denota la familia de planos equivalentes al plano $(hklm)$.
- $[hklm]$ denota una dirección dada por los vectores de la red.
- $\langle hklm \rangle$ denota las direcciones equivalentes a $[hklm]$.

La perspectiva tridimensional de la Figura 1.1 dificulta la visualización de la estructura, que se puede apreciar mejor mediante la Figura 1.2. En dicha figura se pueden visualizar los planos más importantes de la celda primitiva. El plano basal ubicado en la cara superior e inferior de la celda ABCD o EFGH. En la notación de Miller-Bravais esta familia de caras se denota $\{0001\}$ y las direcciones normales a las mismas $\langle 0001 \rangle$ o \vec{c} . Las caras prismáticas principales están ubicadas en DBFH o también cualquier cara conteniendo a la dirección $\langle 0001 \rangle$ y rotada a 60°. En la notación de Miller-Bravais la familia de caras prismáticas principales se denota $\{11\bar{2}0\}$ y las direcciones normales a las mismas $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ o \vec{a} . Las caras prismáticas secundarias están ubicadas en ABEF (CDHG) o también cualquier cara conteniendo a la dirección $\langle 0001 \rangle$ y rotada a 60°. En la notación de Miller-Bravais la familia de caras prismáticas secundarias

se denota $\{10\bar{1}0\}$ y las direcciones normales a las mismas $\langle 10\bar{1}0 \rangle$. Las direcciones mencionadas están presentadas en la Figura 1.2.

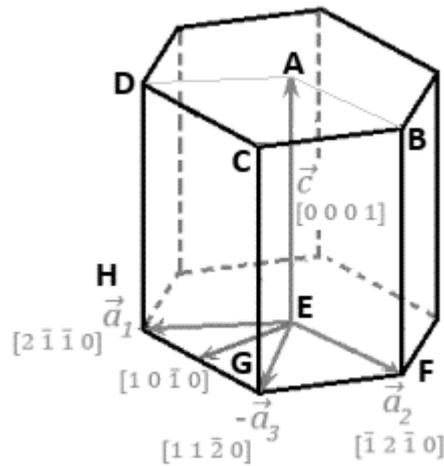


Figura 1.2. Ilustración esquemática de celda en una red cristalina hexagonal de Bravais con notación de Bravais-Miller. Las flechas indican la dirección de los ejes de Miller principales \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 y \vec{c} ; se muestra también el detalle del índice correspondiente al eje $[1 0 \bar{1} 0]$. La celda unitaria es marcada ABCDEFGH.

1.2 Borde de grano

El hielo natural es policristalino y los bordes de grano (BG) pueden ser considerados como defectos planares [8]. Los bordes de grano (Figura 1.3) son regiones dentro de policristales que separan dos monocristales (llamados granos), y su tamaño depende de muchos factores físicos y químicos.

El hielo natural expuesto a altas temperaturas presenta bordes de grano relativamente planos, lo que es una condición necesaria para minimizar la energía superficial. Todo BG conlleva un costo energético debido a la tensión superficial. Es por esto que es más favorable energéticamente que los bordes de grano migren de manera tal que los granos de mayor tamaño crezcan a expensas de los más pequeños. Esto último es de gran importancia en los glaciares y capas de hielo ya que las propiedades de las leyes de flujo en el hielo glaciar dependen del tamaño de los granos [10].

La mayoría de las propiedades físicas del hielo (e.g. propiedades mecánicas, conductividad eléctrica, etc.) son fenómenos superficiales, lo que le confiere al borde de grano una gran importancia sobre las mismas.

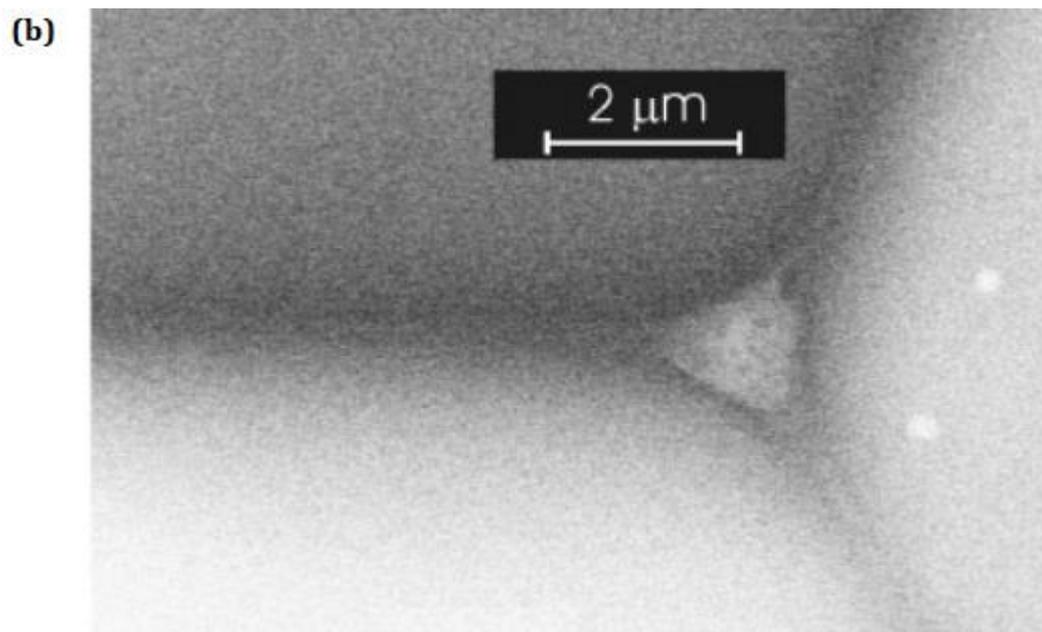
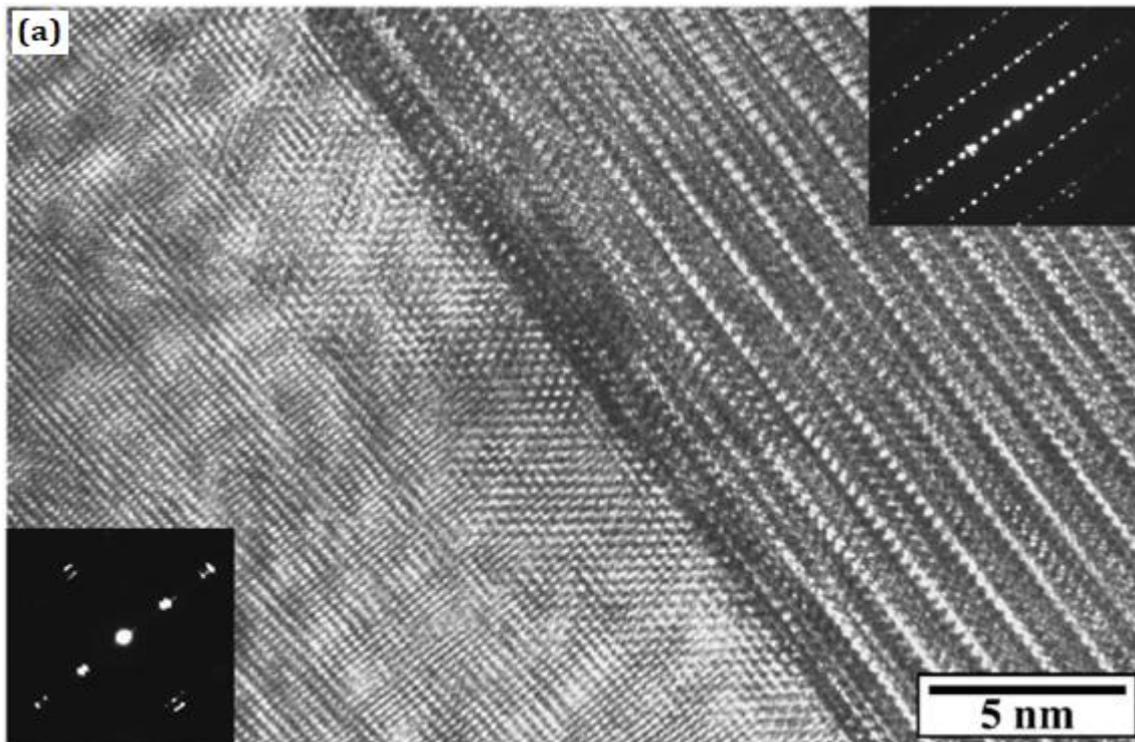


Figura 1.3. a) Micrografía TEM y patrones de difracción de electrones correspondientes a cada grano de un bicristal de $(\text{Ca}_{2.70}\text{Na}_{0.15}\text{Bi}_{0.15})\text{Co}_4\text{O}_9$ [11]. b) Micrografía SEM de una triple unión en un núcleo de hielo a 218,95 m en Dome C [12].

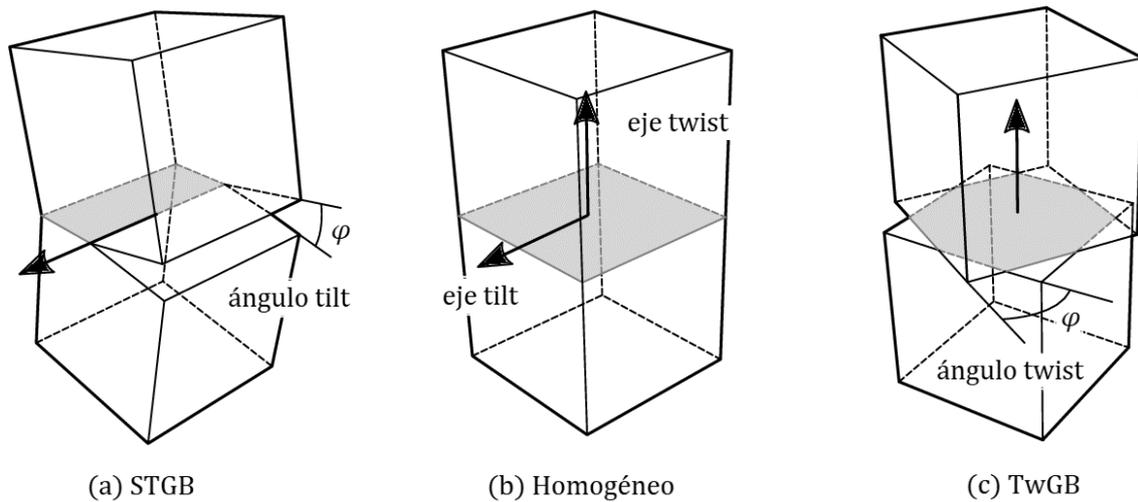


Figura 1.4. Se parte de un cristal uniforme y sin frontera (b). Un borde de grano simétrico tilt (STGB) se forma por rotación simétrica alrededor del eje tilt en el plano (a). Un borde de grano twist (TwGB) resulta de una rotación asimétrica alrededor del eje normal twist (c). [13]

La desorientación entre los granos se define mediante el ángulo de desorientación φ a través del cual una red es rotada en torno a un eje de desorientación común $\langle hklm \rangle$ a ambas redes que forman el borde de grano (Figura 1.4). Cuando el eje de rotación está contenido en el plano del borde de grano se obtiene un bicristal con borde de grano tipo puramente *tilt*. Cuando el eje de rotación es perpendicular al plano del borde de grano se obtiene un bicristal con borde de grano tipo puramente *twist* (aunque en la naturaleza encontramos típicamente estados intermedios como mezcla de tilt y twist). Si se produce una rotación alrededor del eje twist se obtiene un borde de grano twist (o TwGB, por sus siglas en inglés) como se muestra en la Figura 1.4.

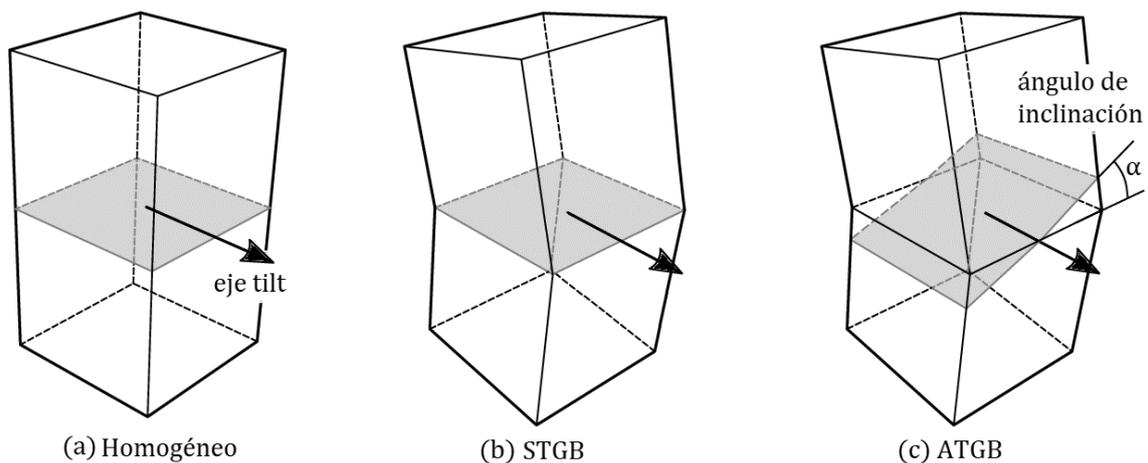


Figura 1.5. Geometría de borde de grano asimétrico tilt (ATGB). a) Se parte de un cristal homogéneo y se tuercen simétricamente las redes de ambos granos (b). c) El plano del borde de grano se rota un ángulo α en torno al eje original para formar el borde de grano tilt asimétrico. Adaptado de Runnels [13].

En un borde de grano tilt simétrico (o STGB por sus siglas en inglés), el plano de simetría entre las redes de ambos granos es coincidente con el plano del borde de grano. Si el plano del borde de grano se encuentra inclinado un ángulo α (Figura 1.5) respecto del plano de simetría se tiene un borde de grano

tilt asimétrico (o ATGB, por sus siglas en inglés). Cabe destacar que si bien el borde de grano puede presentar zonas de múltiples inclinaciones α , la desorientación cristalina φ entre los granos es la misma a todo lo largo. Esto se ejemplifica en el párrafo siguiente.

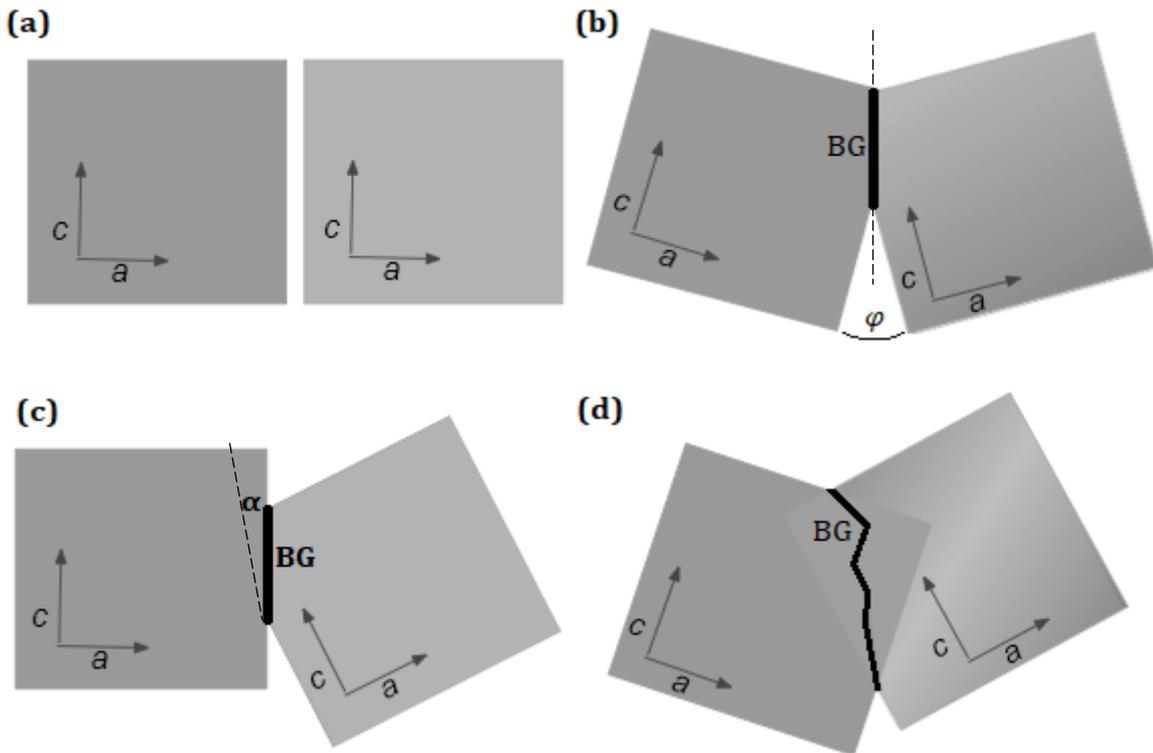


Figura 1.6. a) Un hipotético cristal bidimensional de orientación arbitraria se rebana para dar lugar a dos granos idénticos. b) Si el plano de simetría (línea de trazos) coincide con el BG, se tiene un STGB. c) Si el plano de simetría (línea de trazos) sustenta una inclinación $\alpha \neq 0$ con el BG, se tiene un ATGB. d) Finalmente, en la naturaleza el BG puede tomar múltiples valores de α teniendo así zonas STGB y ATGB para un bicristal de desorientación φ fija. Expuesto previamente en [14].

La forma más sencilla de visualizar los ángulos φ y α es con un cristal hipotético bidimensional de alguna orientación arbitraria. Si ese cristal se corta se tienen dos cristales de la misma orientación (Figura 1.6a). Se rotan entre sí los cristales un ángulo φ y se “empalman” formando así un bicristal tilt. Si el BG coincide con el plano de simetría entre los granos, se tiene un STGB (Figura 1.6b). Si entre el BG y el plano de simetría se sustenta un ángulo de inclinación $\alpha \neq 0$, entonces se tiene un ATGB (Figura 1.6c). En la naturaleza es común ver que el BG en todo su largo, puede tomar múltiples valores de α (Figura 1.6d). Con esto último dicho, para una desorientación fija φ entre los granos puede haber múltiples desorientaciones α a lo largo del BG; en particular zonas simétricas ($\alpha = 0$).

Una desorientación cristalina con $\varphi > 15^\circ$ define un borde de grano de alto ángulo [8] [15] [16]. Los bordes de grano de bajo ángulo se cree que son el resultado de una acumulación de dislocaciones (Figura 1.7 a Figura 1.9). Las dislocaciones son defectos lineales en los cristales consistentes en un cambio abrupto del arreglo de la red. El desplazamiento de las dislocaciones a través de la red hace que un plano de moléculas se deslice sobre otro, y esto proporciona el mecanismo para la deformación plástica.

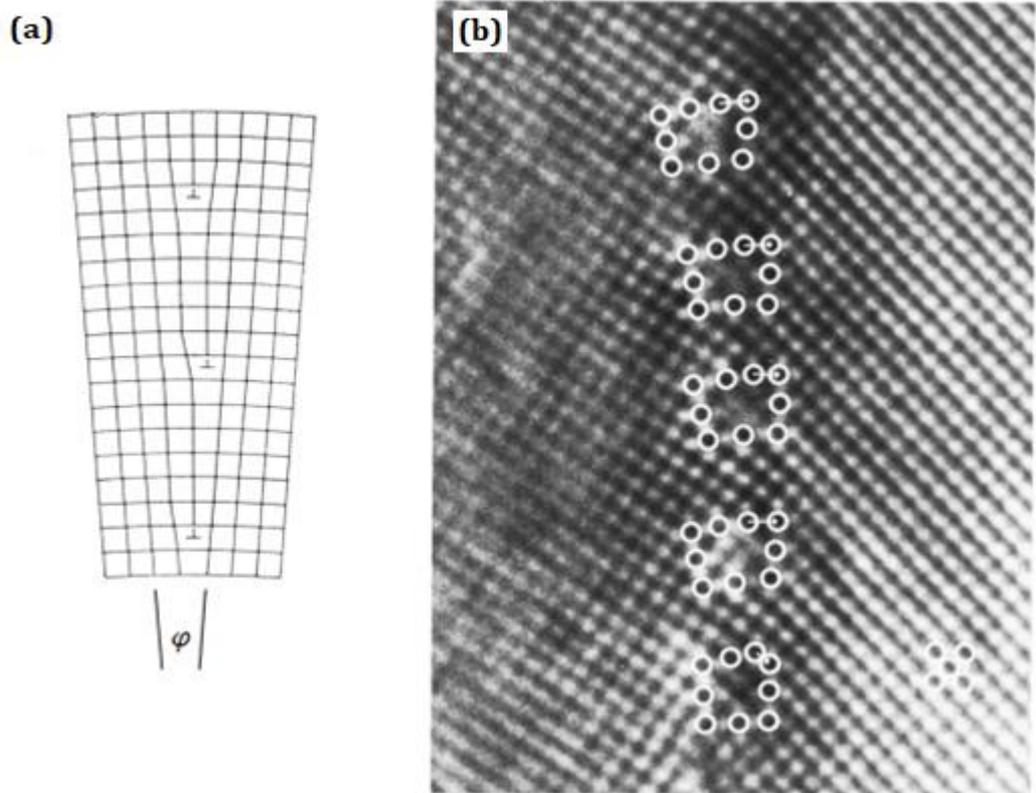


Figura 1.7. Bordes tilt de bajo ángulo: (a) esquema de borde simétrico y (b) Micrografía TEM de un borde no simétrico en Mo [16]. El símbolo \perp es usado para indicar la ubicación de una dislocación (desplazamiento de plano cristalino).

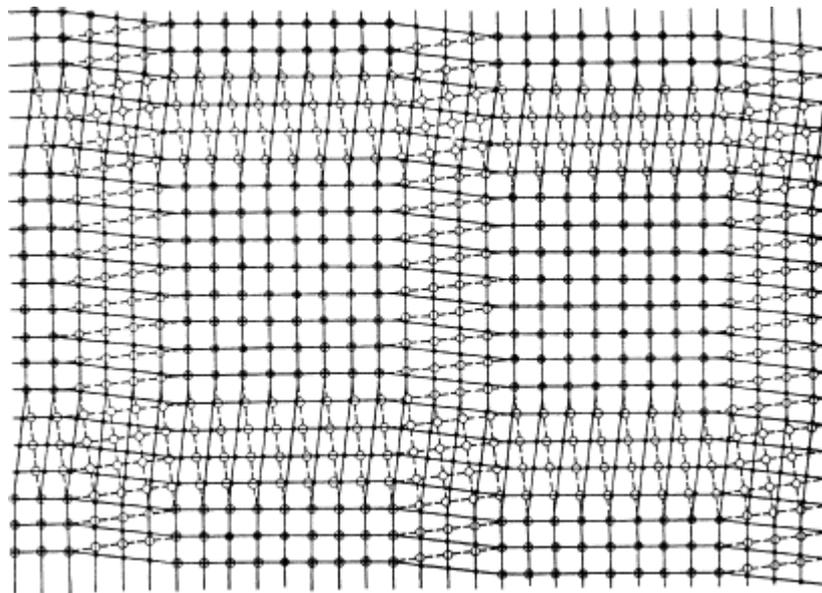


Figura 1.8. Borde twist de bajo ángulo visto de frente [16].

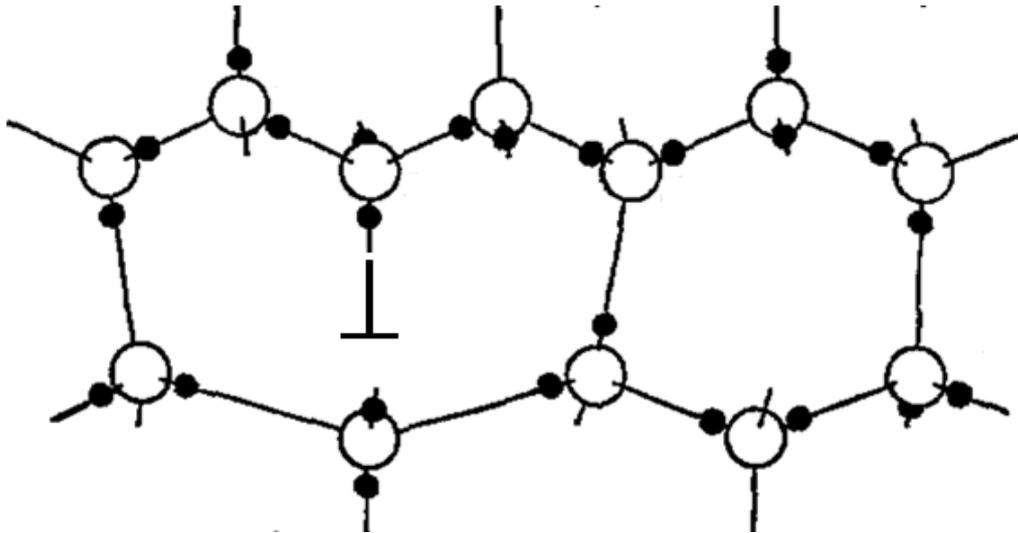


Figura 1.9. Vista superior sobre el plano $(1 \bar{1} 0 0)$ de una dislocación (marcada con el símbolo \perp) a 60° en la estructura del hielo, ilustrando la consecuencia de un defecto protónico [17].

1.3 Estructura de borde de grano

1.3.1 Borde de grano tilt simétrico

La estructura de un BG es la disposición o localización de los átomos o moléculas de los cristales unidos entre sí. La ubicación de esos átomos es muy compleja porque depende de las fuerzas interatómicas entre ellos, de la desorientación cristalina y la inclinación del BG. Sin embargo, también puede depender de los parámetros termodinámicos como temperatura, presión e inclusión de contaminantes. Los tratamientos térmicos y mecánicos del BG también pueden jugar un rol importante en su estructura final.

Las estructuras o características físicas de los BG tilt de bajo ángulo (Figura 1.7 a Figura 1.9) han sido en general descritas por modelos relativamente simples. Siendo $\varphi < 15^\circ$ una desorientación de bajo ángulo y si $\varphi > 15^\circ$, decimos que es de alto ángulo.

No existe en la literatura un modelo semiempírico como el de Read-Shockley para desorientaciones cristalinas de alto ángulo tilt simétricos.

Los BG de bajo ángulo tilt simétricos puede ser descritos mediante el modelo de Read y Shockley [18] [19] [20] (Figura 1.7a), particularmente en el hielo para $0 < \varphi < 15^\circ$ [15]. El modelo básicamente se sustenta en la concatenación de dislocaciones alineadas que forman el BG. En general, BGs de bajo ángulo muestran baja energía y movilidad con respecto a la energía y movilidad obtenida en BGs de ángulo alto. La relación de Read-Shockley describe de manera general la energía del BG (γ_{bg}) para una gran variedad de materiales y puede aplicarse al hielo [15]. Su expresión es:

$$\gamma_{bg} = \gamma_m \frac{\varphi}{\varphi_m} \left[1 - \ln \left(\frac{\varphi}{\varphi_m} \right) \right] \quad (1)$$

donde φ es la desorientación (nunca mayor a 90°) entre los cristales que forman el BG, γ_m es el valor máximo de energía de BG y φ_m es el valor del ángulo en dicha transición, cuyo valor es comúnmente 15° .

No existe en la literatura un modelo general para describir γ_{bg} de manera general. Sin embargo, podemos citar un modelo geométrico que es ampliamente difundido en la literatura y se lo conoce bajo el nombre de modelo de red de sitios coincidentes (o CSL por sus siglas en inglés). El modelo de CSL consiste en rotar, desde un punto en común, las redes cristalinas pertenecientes a los cristales que forman un BG. Las CSL están caracterizadas por una celda unidad, que puede variar para diferentes desorientaciones entre los granos que las conforman. El eje de rotación y el ángulo de rotación entre ambas redes es arbitrario, sin embargo existen ciertos ejes de rotación y ángulo (llamadas *desorientaciones cristalinas especiales*) donde ciertos sitios de ambas redes coinciden en posición espacial. Los sitios comunes a ambas redes se llaman sitios de coincidencia. La super red formada por los sitios comunes a ambas redes cristalinas se denomina red de sitios coincidentes o CSL. Esta teoría establece que una desorientación cristalina especial preserva cierto nivel de orden atómico a lo largo del BG. Una limitación de la teoría de redes de sitios de coincidencia es que no trata con la orientación de la celda unitaria.

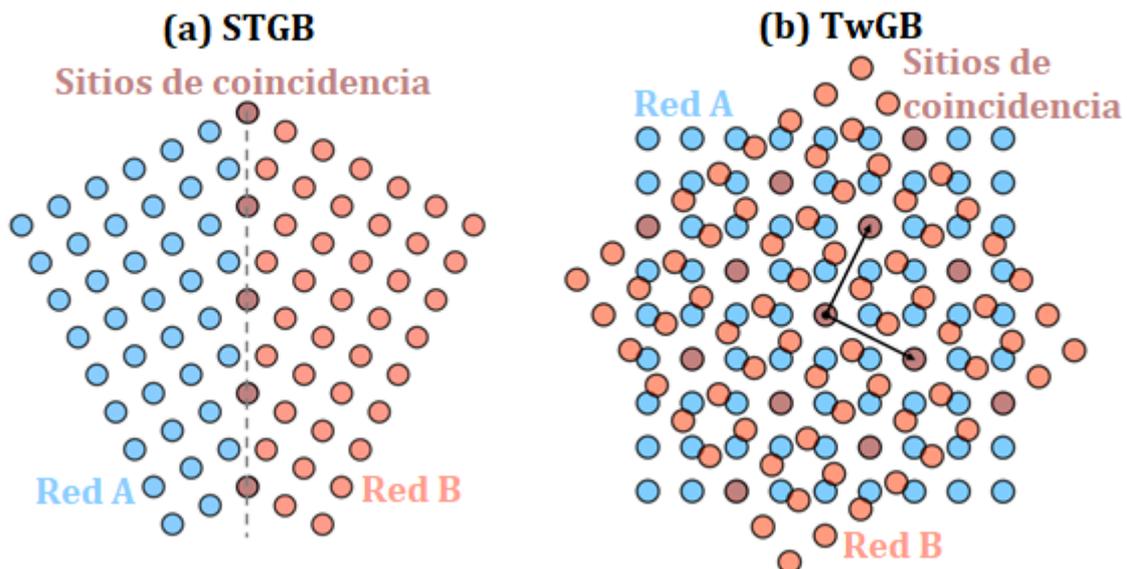


Figura 1.10. Ilustración de bordes de grano $\Sigma 5$ (120). a) Un borde de grano simétrico tilt, y b) un borde de grano twist. En (a) el plano del borde de grano denota la zona de unión de los dos cristales. En (b), el plano del borde de grano se encuentra entre dos planos superpuestos de ambos cristales. Círculos de diferentes colores representan los puntos de red de los granos. Cuando dos redes vecinas se expanden una sobre la otra, uno de cada cinco puntos de red se superpone, resultando en el valor de $\Sigma = 5$. [21]

Independientemente del modelo que se utilice, los BGs son defectos planares y tienen una energía superficial asociada. Esta energía superficial será mínima si las moléculas en el BG encajan en los sitios de red de cada cristal simultáneamente (Figura 1.10).

En la Figura 1.10a se presenta un STGB formado por dos cristales 1 y 2 representados con bolitas blancas y negras respetivamente. En el BG se han marcado los sitios de coincidencia mediante cuadrados. En la Figura 1.10b se

presenta un TwGB formado por dos cristales 1 y 2. Es difícil poder observar el BG ya que el mismo está ubicado sobre la hoja de la escritura. Sin embargo, se puede observar ciertas estructuras de átomos de ambos cristales que se repiten periódicamente sobre el BG y en su interior átomos coincidentes. Para la caracterización de las CSL se emplean el factor Σ y *parámetro de densidad de coincidencia planar* Γ .

El factor Σ se define como el número de sitios de red totales dividido el número de los sitios coincidentes:

$$\Sigma = \frac{\textit{sitios de la red}}{\textit{sitios coincidentes}} \quad (2)$$

El factor Σ entonces es un criterio de similitud entre la CSL y la red cristalográfica de cada grano. Siendo más similares cuanto más cercano sea Σ a la unidad, y más disímiles cuanto mayor sea Σ respecto a la unidad.

Cuando un cristal puro crece a partir del medio circundante, es porque la fase cristalina resulta energéticamente favorable. Un átomo o molécula entonces disminuye su energía al formar parte de un dado cristal. Pero cuando forma parte de un borde de grano, tratará de acomodarse simultáneamente a la estructura de cada grano. Esto hace que los bordes de grano sean zonas con mayor desorden que el que se tiene dentro de uno de los granos del cristal. Es de esperar entonces que, cuando los cristales que conforman el borde de grano tengan asociada una red de sitios coincidentes, el desorden en el borde de grano sea menor que para el caso contrario. Cuando la desorientación cristalina φ es cercana a una desorientación especial (i.e. la que preserva cierto nivel de orden atómico en la red a lo largo del BG), la desorientación cristalina se modifica en las proximidades del BG para tomar la desorientación especial [15]. Así entonces, podemos considerar que la estructura de red en el borde de grano se puede adaptar a la dada por la red de sitios de coincidencia de la desorientación especial [22].

El parámetro de densidad de coincidencia planar Γ (o PCSD, por sus siglas en inglés) se define como el número de sitios coincidentes por unidad de área [23].

$$\Gamma = \frac{\textit{sitios coincidentes}}{\textit{area}} \quad (3)$$

El parámetro Γ es otro criterio de similitud entre la CSL y la red cristalográfica entre cada grano. A mayor Γ mayor similitud y viceversa.

En la Figura 1.11, a modo de ejemplo, se presenta dos cristales bidimensionales ideales rotados uno respecto del otro. Los sitios que son comunes a ambos cristales forman la red de sitios de coincidencia (CSL) y una celda unitaria bidimensional puede encontrarse.

En la Figura 1.11 puede observarse los planos simétricos 1 y 2 y la celda unitaria denominada 0123. En el caso de ser las redes tridimensionales la celda unitaria tendría una cara inferior $0'1'2'3'$. Cuando se considera la estructura del hielo (Figura 1.2) la cara 0123 de la Figura 1.11 viene dada por ABCD para el plano (0001), DBFH para el plano $(11\bar{2}0)$ y por DCGH para el plano $(10\bar{1}0)$.

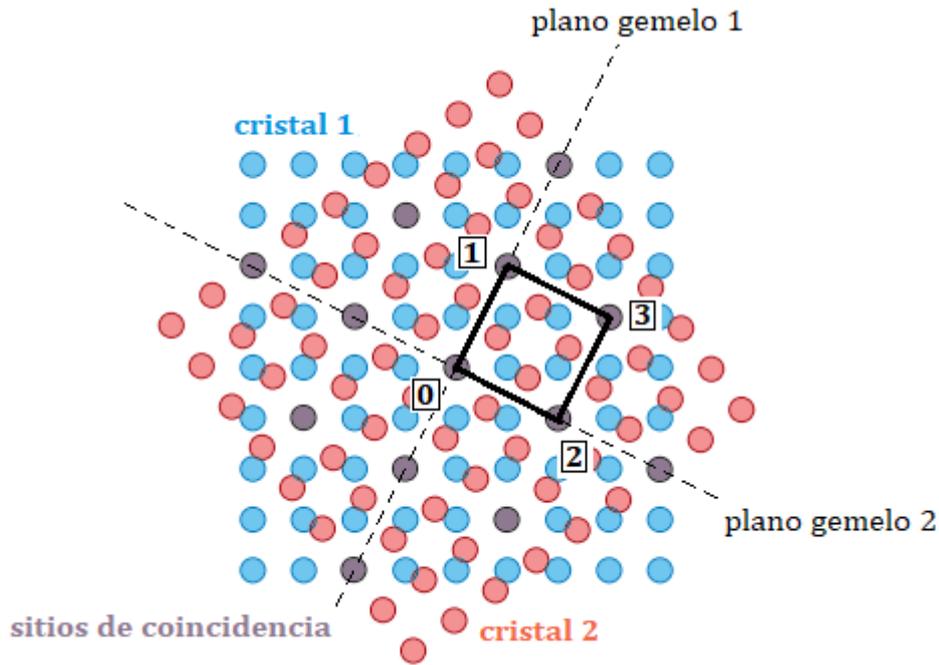


Figura 1.11. Cristales 1 y 2 rotados entre sí para formar la CSL y presentación de la celda de CSL. Las líneas de trazos representan la ubicación de los planos donde el BG está formado por facetas de los planos simétricos de la CSL. Adaptado de [21].

Las CSL para hielo Ih con $\Sigma < 50$ y diferentes desorientaciones cristalinas φ alrededor de los ejes \vec{a} , \vec{b} y \vec{c} (ver Figura 1.2) fueron calculadas por Gonzalez Kriegel [23]. En la tabla 1 se presentan las caras 01, 02, 03 y 12 con los planos cristalininos de cada cristal adyacente al BG y con el parámetro de densidad (Γ). De esa tabla cabe destacar primero las desorientaciones φ que permiten formar las CSL, y como se verá más adelante el parámetro Γ :

Tabla 1. Valores en redes de sitios de coincidencia (CSL) de ángulo, Σ , índices de Miller, y Γ para rotaciones en torno a los ejes \vec{a} , \vec{b} , \vec{c} (01, 02, 03 y 12 representa el plano CSL con la mayor densidad Γ) [23].

| φ | Σ | Eje \vec{a} | | | |
|-----------|----------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | | 01 Índices - Γ_{01} | 02 Índices - Γ_{02} | 03 Índices - Γ_{03} | 12 Índices - Γ_{12} |
| 26,53° | 38 | $\{9\bar{9}04\}$ | $\{\bar{1}1\bar{0}8\}$ | $\{2\bar{2}0\bar{3}\}$ | $\{\bar{5}50\bar{2}\}$ |
| | | $\{9904\}$ | $\{1\bar{1}08\}$ | $\{550\bar{2}\}$ | $\{\bar{2}20\bar{3}\}$ |
| | | $\Gamma_{01} = 0,1081$ | $\Gamma_{02} = 0,4588$ | $\Gamma_{03} = 0,1956$ | $\Gamma_{12} = 0,1956$ |
| 38,94° | 27 | $\{3\bar{3}0\bar{2}\}$ | $\{\bar{3}30\bar{1}\bar{6}\}$ | $\{000\bar{1}\}$ | $\{\bar{3}30\bar{7}\}$ |
| | | $\{3\bar{3}02\}$ | $\{3\bar{3}0\bar{1}\bar{6}\}$ | $\{3\bar{3}0\bar{7}\}$ | $\{000\bar{1}\}$ |
| | | $\Gamma_{01} = 0,3143$ | $\Gamma_{02} = 0,4444$ | $\Gamma_{03} = 0,2095$ | $\Gamma_{12} = 0,2095$ |
| 50,48° | 22 | $\{9\bar{9}0\bar{8}\}$ | $\{\bar{1}10\bar{4}\}$ | $\{2\bar{2}0\bar{3}\}$ | $\{\bar{5}50\bar{2}\}$ |
| | | $\{9908\}$ | $\{1\bar{1}04\}$ | $\{550\bar{2}\}$ | $\{\bar{2}20\bar{3}\}$ |
| | | $\Gamma_{01} = 0,2010$ | $\Gamma_{02} = 0,4264$ | $\Gamma_{03} = 0,1956$ | $\Gamma_{12} = 0,1956$ |
| 70,53° | 9 | $\{3\bar{3}0\bar{4}\}$ | $\{\bar{3}30\bar{8}\}$ | $\{000\bar{1}\}$ | $\{\bar{3}30\bar{2}\}$ |
| | | $\{3\bar{3}04\}$ | $\{3\bar{3}08\}$ | $\{3\bar{3}0\bar{2}\}$ | $\{000\bar{1}\}$ |
| | | $\Gamma_{01} = 0,2722$ | $\Gamma_{02} = 0,7698$ | $\Gamma_{03} = 0,6285$ | $\Gamma_{12} = 0,6285$ |

| Eje \vec{a} | | | | | |
|---------------|----------|------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------|
| φ | Σ | 01 | 02 | 03 | 12 |
| | | Índices - Γ_{01} | Índices - Γ_{02} | Índices - Γ_{03} | Índices - Γ_{12} |
| 86,63° | 34 | $\{\overline{99016}\}$ $\{\overline{99016}\}$ $\Gamma_{01} = 0,1617$ | $\{\overline{1102}\}$ $\{\overline{1102}\}$ $\Gamma_{02} = 0,6860$ | $\{\overline{4409}\}$ $\{\overline{5507}\}$ $\Gamma_{03} = 0,1606$ | $\{\overline{5507}\}$ $\{\overline{4409}\}$ $\Gamma_{12} = 0,1606$ |
| Eje \vec{b} | | | | | |
| φ | Σ | 01 | 02 | 03 | 12 |
| | | Índices - Γ_{01} | Índices - Γ_{02} | Índices - Γ_{03} | Índices - Γ_{12} |
| 23,07° | 25 | $\{\overline{3632}\}$ $\{\overline{3632}\}$ $\Gamma_{01} = 0,3771$ | $\{\overline{12116}\}$ $\{\overline{12116}\}$ $\Gamma_{02} = 0,4619$ | $\{\overline{1219}\}$ $\{\overline{2427}\}$ $\Gamma_{03} = 0,1969$ | $\{\overline{2427}\}$ $\{\overline{1219}\}$ $\Gamma_{12} = 0,1969$ |
| 34,05 | 35 | $\{\overline{1211}\}$ $\{\overline{1211}\}$ $\Gamma_{01} = 0,5521$ | $\{\overline{36332}\}$ $\{\overline{36332}\}$ $\Gamma_{02} = 0,2254$ | $\{\overline{12134}\}$ $\{\overline{1216}\}$ $\Gamma_{03} = 0,1104$ | $\{\overline{1216}\}$ $\{\overline{12134}\}$ $\Gamma_{12} = 0,1104$ |
| 44,42 | 14 | $\{\overline{3634}\}$ $\{\overline{3634}\}$ $\Gamma_{01} = 0,3563$ | $\{\overline{1218}\}$ $\{\overline{1218}\}$ $\Gamma_{02} = 0,8729$ | $\{\overline{1216}\}$ $\{\overline{1211}\}$ $\Gamma_{03} = 0,2760$ | $\{\overline{1211}\}$ $\{\overline{1216}\}$ $\Gamma_{12} = 0,2760$ |
| 57,12° | 35 | $\{\overline{918916}\}$ $\{\overline{918916}\}$ $\Gamma_{01} = 0,2254$ | $\{\overline{1216}\}$ $\{\overline{1216}\}$ $\Gamma_{02} = 0,5521$ | $\{\overline{48411}\}$ $\{\overline{1211}\}$ $\Gamma_{03} = 0,1104$ | $\{\overline{1211}\}$ $\{\overline{48411}\}$ $\Gamma_{12} = 0,1104$ |
| 62,96° | 11 | $\{\overline{1212}\}$ $\{\overline{1212}\}$ $\Gamma_{01} = 0,9847$ | $\{\overline{36316}\}$ $\{\overline{36316}\}$ $\Gamma_{02} = 0,4020$ | $\{\overline{1219}\}$ $\{\overline{2427}\}$ $\Gamma_{03} = 0,1969$ | $\{\overline{2427}\}$ $\{\overline{1219}\}$ $\Gamma_{12} = 0,1969$ |
| 78,46° | 10 | $\{\overline{3638}\}$ $\{\overline{3638}\}$ $\Gamma_{01} = 0,5963$ | $\{\overline{1214}\}$ $\{\overline{1214}\}$ $\Gamma_{02} = 0,7303$ | $\{\overline{1216}\}$ $\{\overline{1211}\}$ $\Gamma_{03} = 0,2760$ | $\{\overline{1211}\}$ $\{\overline{1216}\}$ $\Gamma_{12} = 0,2760$ |
| 88,83° | 49 | $\{\overline{510516}\}$ $\{\overline{510516}\}$ $\Gamma_{01} = 0,3299$ | $\{\overline{36310}\}$ $\{\overline{36310}\}$ $\Gamma_{02} = 0,2694$ | $\{\overline{12113}\}$ $\{\overline{4843}\}$ $\Gamma_{03} = 0,1407$ | $\{\overline{4843}\}$ $\{\overline{12113}\}$ $\Gamma_{12} = 0,1407$ |
| Eje \vec{c} | | | | | |
| φ | Σ | 01 | 02 | 03 | 12 |
| | | Índices - Γ_{01} | Índices - Γ_{02} | Índices - Γ_{03} | Índices - Γ_{12} |
| 13,17° | 38 | $\{\overline{3520}\}$ $\{\overline{2530}\}$ $\Gamma_{01} = 0,2294$ | $\{\overline{5230}\}$ $\{\overline{5320}\}$ $\Gamma_{02} = 0,2294$ | $\{\overline{8710}\}$ $\{\overline{7810}\}$ $\Gamma_{03} = 0,1325$ | $\{\overline{2350}\}$ $\{\overline{3250}\}$ $\Gamma_{12} = 0,2294$ |
| 15,18° | 43 | $\{\overline{7610}\}$ $\{\overline{6710}\}$ $\Gamma_{01} = 0,1525$ | $\{\overline{6170}\}$ $\{\overline{7160}\}$ $\Gamma_{02} = 0,1525$ | $\{\overline{13580}\}$ $\{\overline{13850}\}$ $\Gamma_{03} = 0,2641$ | $\{\overline{1760}\}$ $\{\overline{1670}\}$ $\Gamma_{12} = 0,1525$ |
| 17,90° | 31 | $\{\overline{6510}\}$ $\{\overline{5610}\}$ $\Gamma_{01} = 0,3780$ | $\{\overline{5160}\}$ $\{\overline{6150}\}$ $\Gamma_{02} = 0,1796$ | $\{\overline{11470}\}$ $\{\overline{11740}\}$ $\Gamma_{03} = 0,3111$ | $\{\overline{1650}\}$ $\{\overline{1560}\}$ $\Gamma_{12} = 0,1796$ |

| | | Eje \vec{c} | | | |
|-----------|----------|----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|
| φ | Σ | 01 | 02 | 03 | 12 |
| | | Índices - Γ_{01} | Índices - Γ_{02} | Índices - Γ_{03} | Índices - Γ_{12} |
| 21,79° | 14 | $\{\bar{2}3\bar{1}0\}$ $\{\bar{1}3\bar{2}0\}$ $\Gamma_{01} = 0,3780$ | $\{\bar{3}120\}$ $\{\bar{3}210\}$ $\Gamma_{02} = 0,3780$ | $\{\bar{5}410\}$ $\{\bar{4}5\bar{1}0\}$ $\Gamma_{03} = 0,2182$ | $\{\bar{1}430\}$ $\{\bar{1}340\}$ $\Gamma_{12} = 0,3780$ |
| 27,80° | 13 | $\{\bar{4}310\}$ $\{\bar{3}4\bar{1}0\}$ $\Gamma_{01} = 0,2774$ | $\{\bar{3}140\}$ $\{\bar{4}130\}$ $\Gamma_{02} = 0,2774$ | $\{\bar{7}250\}$ $\{\bar{7}520\}$ $\Gamma_{03} = 0,4804$ | $\{\bar{4}3\bar{1}0\}$ $\{\bar{5}940\}$ $\Gamma_{12} = 0,2770$ |
| 32,20° | 26 | $\{\bar{3}4\bar{1}0\}$ $\{\bar{1}4\bar{3}0\}$ $\Gamma_{01} = 0,2774$ | $\{\bar{4}130\}$ $\{\bar{4}310\}$ $\Gamma_{02} = 0,2774$ | $\{\bar{7}520\}$ $\{\bar{5}7\bar{2}0\}$ $\Gamma_{03} = 0,1601$ | $\{\bar{1}340\}$ $\{\bar{3}140\}$ $\Gamma_{12} = 0,2774$ |
| 38,21° | 7 | $\{\bar{3}210\}$ $\{\bar{2}3\bar{1}0\}$ $\Gamma_{01} = 0,3780$ | $\{\bar{2}130\}$ $\{\bar{3}120\}$ $\Gamma_{02} = 0,3780$ | $\{\bar{5}140\}$ $\{\bar{5}410\}$ $\Gamma_{03} = 0,6547$ | $\{\bar{1}320\}$ $\{\bar{1}230\}$ $\Gamma_{12} = 0,3780$ |
| 43,57° | 49 | $\{\bar{8}530\}$ $\{\bar{5}8\bar{3}0\}$ $\Gamma_{01} = 0,1429$ | $\{\bar{5}380\}$ $\{\bar{8}350\}$ $\Gamma_{02} = 0,1429$ | $\{\bar{1}32110\}$ $\{\bar{1}31120\}$ $\Gamma_{03} = 0,2474$ | $\{\bar{3}850\}$ $\{\bar{3}580\}$ $\Gamma_{12} = 0,1429$ |
| 46,83° | 19 | $\{\bar{5}320\}$ $\{\bar{3}5\bar{2}0\}$ $\Gamma_{01} = 0,2294$ | $\{\bar{3}250\}$ $\{\bar{5}230\}$ $\Gamma_{02} = 0,2294$ | $\{\bar{8}170\}$ $\{\bar{8}710\}$ $\Gamma_{03} = 0,3974$ | $\{\bar{2}530\}$ $\{\bar{2}350\}$ $\Gamma_{12} = 0,2294$ |
| 50,57° | 37 | $\{\bar{7}430\}$ $\{\bar{4}7\bar{3}0\}$ $\Gamma_{01} = 0,1644$ | $\{\bar{4}370\}$ $\{\bar{7}340\}$ $\Gamma_{02} = 0,1644$ | $\{\bar{1}11100\}$ $\{\bar{1}11010\}$ $\Gamma_{03} = 0,2847$ | $\{\bar{3}740\}$ $\{\bar{3}470\}$ $\Gamma_{12} = 0,1644$ |
| 60° | 2 | $\{\bar{1}100\}$ $\{\bar{0}1\bar{1}0\}$ $\Gamma_{01} = 1,0000$ | $\{\bar{1}010\}$ $\{\bar{1}100\}$ $\Gamma_{02} = 1,0000$ | $\{\bar{2}110\}$ $\{\bar{1}2\bar{1}0\}$ $\Gamma_{03} = 0,5774$ | $\{\bar{0}1\bar{1}0\}$ $\{\bar{1}010\}$ $\Gamma_{12} = 1,0000$ |

Randle determinó que un Γ alto no es un criterio para la ocurrencia de borde de grano de baja energía. Mientras que la energía de borde de grano sí se encontraría fuertemente relacionada a la identidad de los planos de cada grano en la interface, y es por lo tanto el factor importante [24].

Acorde a An [25], no existe un criterio geométrico conocido que involucre la desorientación o el plano del borde de grano que pueda predecir siempre los bordes de menor energía en un material [26]. Se sugiere que existen configuraciones particulares de baja energía existen para BGs en CSL cuando se está en presencia de planos de alta coincidencia de sitios de red [27]. Sin embargo, aunque muchos bordes de baja energía cumplen este criterio, la correlación entre la densidad planar de sitios de coincidencia y la energía es usualmente pobre [28] [29].

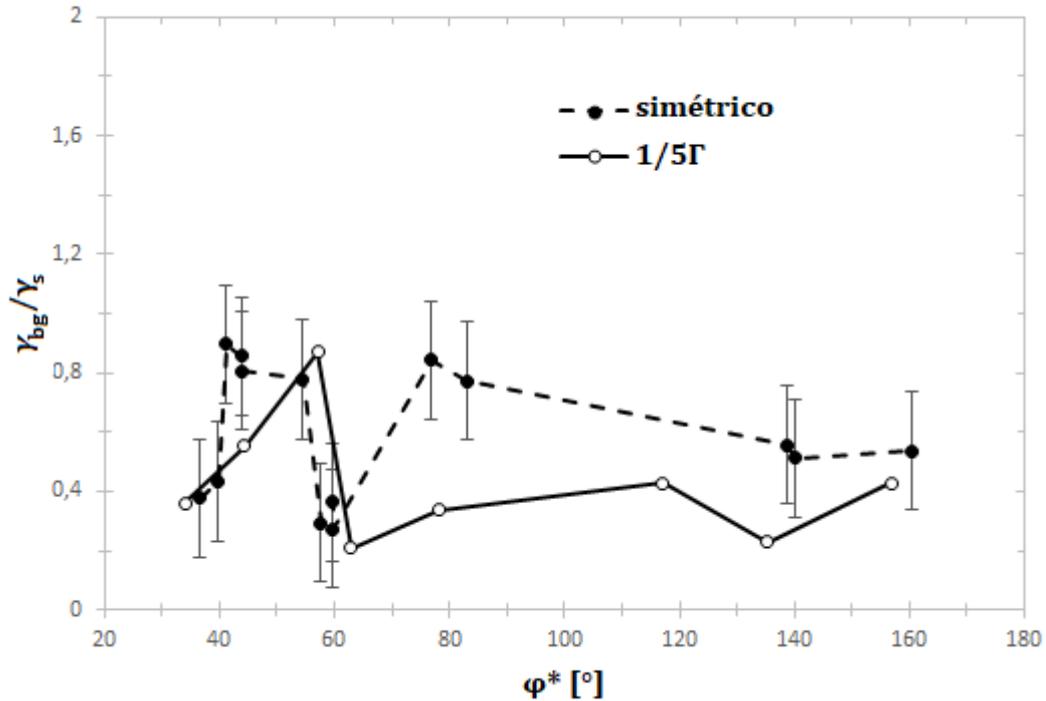


Figura 1.12. Valores de $1/5\Gamma$ y la energía relativa superficial del borde de grano γ_{bg}/γ_s en hielo para bicristales $\langle 10\bar{1}0 \rangle / \varphi$, graficados en función de φ^* . [30]

El modelo de CSL fue aplicado al hielo por numerosos autores [31] [32] [33]. Recientemente, Druetta E y col. [30] estudiaron γ_{bg}/γ_s (donde γ_s es la tensión superficial adyacente al BG) para BG en los bicristales de hielo puro con desorientación $\langle 10\bar{1}0 \rangle / \varphi$ a -18°C (donde $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ es el eje de rotación y φ el ángulo de rotación de un cristal con otro). Ellos encontraron que γ_{bg}/γ_s para los BG simétricos era razonablemente representada por la inversa de la densidad planar ($1/\Gamma$) de la red de sitios de coincidencia (CSL), extraída del trabajo de Gonzalez Kriegel y col. [23]. Claramente los BG tilt simétricos pertenecientes a desorientaciones “especiales” y en inclinaciones simétricas tiene baja energía relativa. Ese hecho estaría relacionado con la alta densidad de sitios coincidentes que esas inclinaciones poseen (Figura 1.12), donde el modelo de Read y Shockley no aplica por ser $\varphi > 15^\circ$.

En la actualidad, para el caso de los metales, la energía y estructura del BG han sido estudiadas bajo un abanico extenso de técnicas como ser SEM [34], HRSEM [35], AFM [36], DNS [37] [38], etc. Sin embargo no es así para el caso del hielo, que hasta el momento no se ha estudiado con la misma profundidad que los metales. Por lo tanto, en la actualidad el modelo geométrico de CSL es el modelo más aceptable para describir (con sus limitaciones) la energía y la estructura del BG.

La energía relativa de borde de grano γ_{bg}/γ_s se explica con mucho más detalle en la sección homónima (página 22).

1.3.2 Borde de grano tilt asimétrico

Los BG tilt asimétricos pueden ser relacionados también con el modelo CSL.

Tschopp y col. [37], Wolf y col. [39] y Zhang y col. [40] estudiaron como varía γ_{bg} con la inclinación del BG en diferentes materiales y en ellos se utilizó el modelo de facetas (MF).

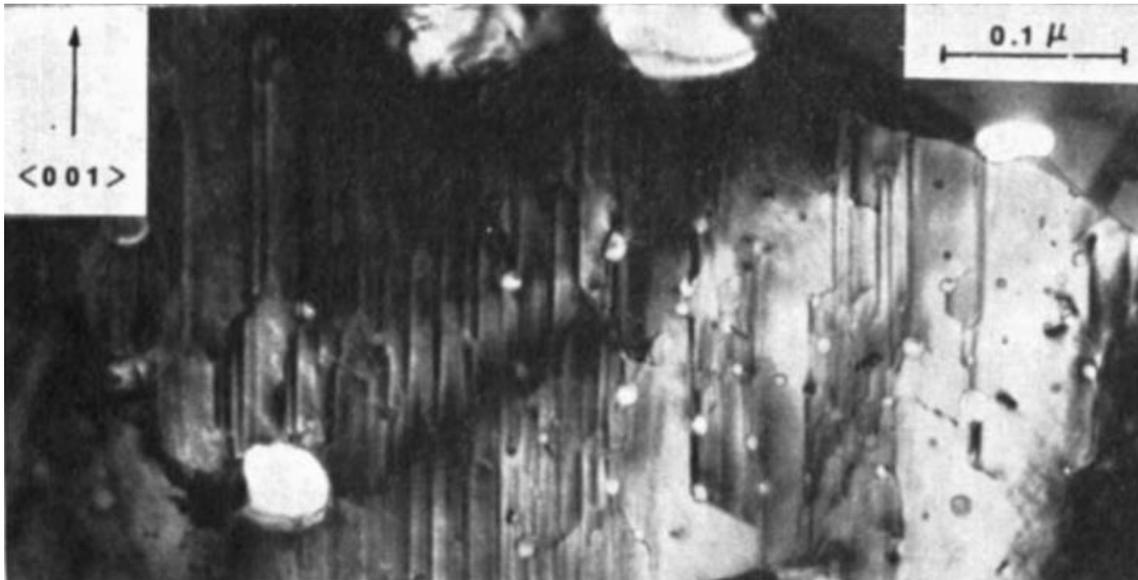


Figura 1.13. Modelo de Facetas. En la micrografía se observa una lámina ultra delgada de oro bicristalina mediante microscopía de transmisión de electrones. La muestra consiste de dos láminas monocristalinas cada una y soldadas a presión una arriba de la otra, con una inclinación φ tal que $\Sigma=3$. El facetado observado forma las estrías que emergen a la superficie es consistente con la estructura de la red de sitios de coincidencia. [22]

Wagner [22] formó láminas monocristalinas ultra delgadas de oro. Al empalmarlas y conformar así un gran plano de BG, observó la formación de facetas que reproducían la estructura cristalina de las CSL sobre la superficie externa de las láminas (Figura 1.13). Hondoh y Higashi [32] [41] estudiaron la migración de BG en muestras de hielo con desorientación $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 34^\circ$ y mediante topografía de rayos X pudieron ver que el BG estaba formado por facetas de los planos gemelos de la CSL. Este resultado experimental indica que los BG en hielo pueden en general facetarse y posiblemente su energía sea representada por el modelo MF. Es decir, Un BG asimétrico puede formarse como una combinación de facetas correspondiente a planos simétricos de la red de sitios de coincidencia (CSL) [23]. Quedando claro que el MF no necesariamente es el único factor que afecte la energía de BG [38].

El modelo MF consiste en describir la energía del BG (γ_{bg}) como una combinación de las energías de los planos simétricos de la red de sitios de coincidencia (CSL) [23], por lo cual la energía del BG en función de la inclinación (α) sería:

$$\gamma_{bg} = \gamma_{01} \cos(\alpha) + \gamma_{02} \sin(\alpha) \quad (4)$$

donde γ_{01} y γ_{02} corresponden a la energía del BG cuando la inclinación del mismo coincide con las caras simétricas 01 y 02 de la celda de la CSL, respectivamente. La inclinación α representa el ángulo entre el BG y la cara simétrica 01 de la celda de la CSL. La ecuación (4) es solo válida cuando las caras simétricas 01 y 02 forman 90° .

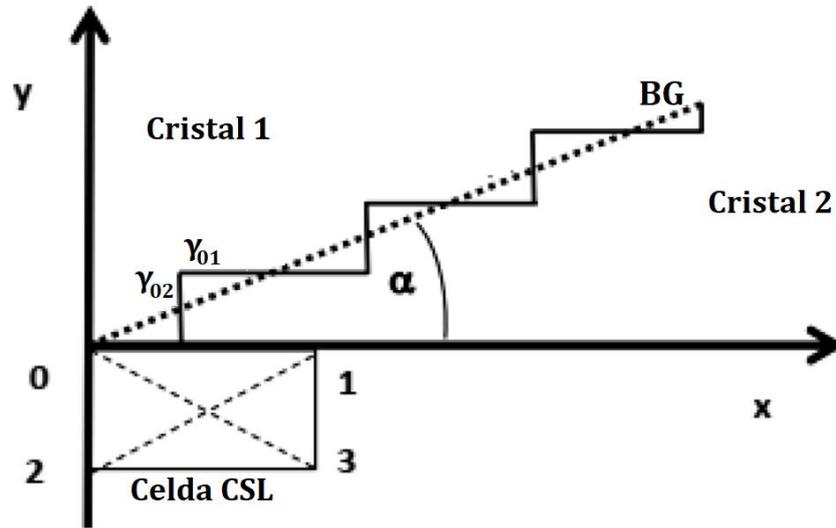


Figura 1.14. Bordos de grano asimétricos con una inclinación α , formados por los planos gemelos 01 y 02. [42]

En la Figura 1.11 se representó los cristales 1 y 2, la red de sitios de coincidencia CSL, y su respectiva celda unitaria. En la Figura 1.14 se presenta un esquema de un borde de grano asimétrico con una inclinación α , formados por los planos gemelos 01 y 02.

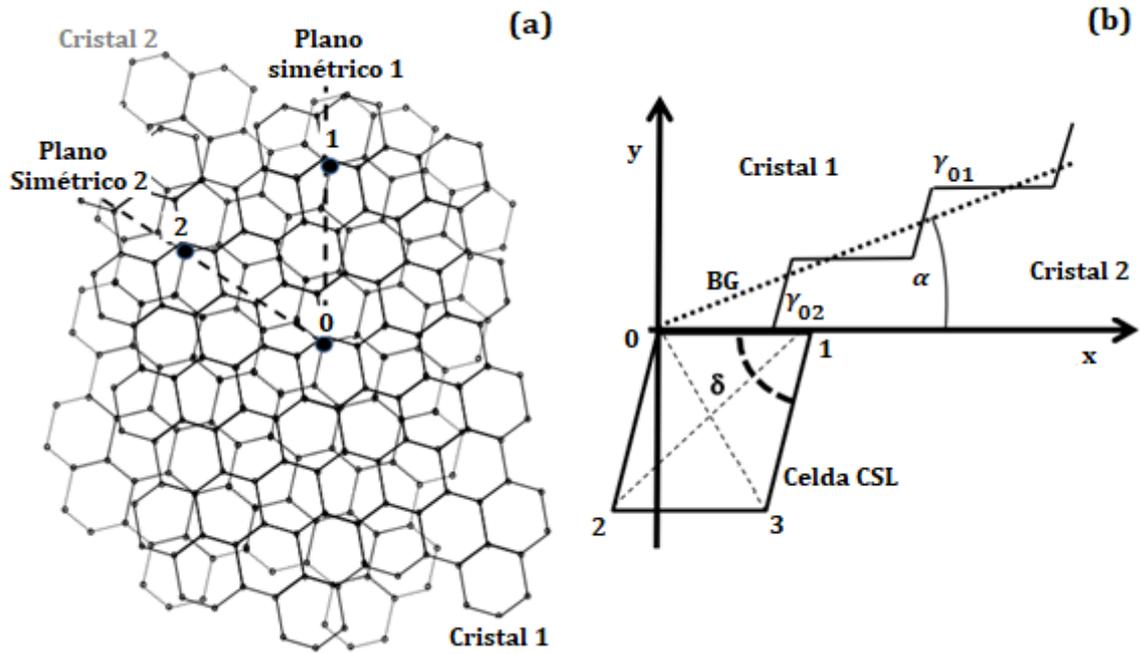


Figura 1.15. a) Cristales 1 y 2 girados para formar la CSL. Las líneas de puntos verticales y horizontales representan la ubicación de los planos simétricos del CSL; b) BG asimétrico con inclinación α , formado por las facetas de los planos simétricos 01 y 02.

En el caso de la Figura 1.15 podemos ver que las caras 01 y 02 no son perpendiculares. En ese caso la energía del BG tilt asimétrico γ_{bg} está dada por:

$$\gamma_{gb} = \gamma_{01} \left[\cos(\alpha) - \sin(\alpha) \frac{\cos(\delta)}{\sin(\delta)} \right] + \gamma_{02} \frac{\sin(\alpha)}{\sin(\delta)} \quad (5)$$

donde δ es el ángulo entre los planos simétricos 01 y 02 de la CSL [38]. Y se vuelve a la Ecuación (4) para el caso $\delta = \pi/2$.

1.4 Formas del surco del borde de grano en la superficie del hielo puro

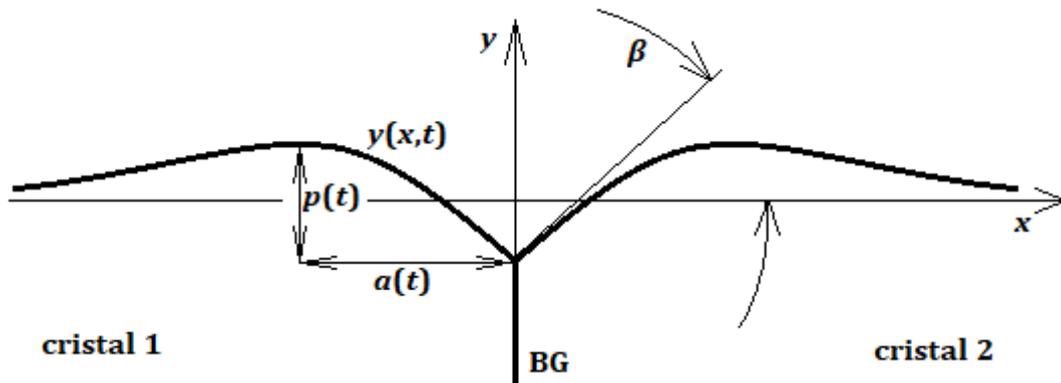


Figura 1.16. Forma esquemática $y(x, t)$ de la superficie en la cercanía del BG (adaptado de Mullins [43]). β es el ángulo que forma la tensión (energía superficial) de la superficie libre del cristal 2 con la horizontal.

Un borde de grano (BG) al emerger a la superficie libre de un cristal genera un surco (también llamado *groove*) debido al equilibrio entre las tensiones de la superficie libre (γ_s) y la tensión del BG (γ_{bg}). Esto se explica con más detalle en la sección “Energía relativa de borde de grano en hielo”. La energía de la superficie libre y la del BG son también llamadas tensiones (superficial y de BG, respectivamente), debido a la similitud del diagrama de tensiones con la ecuación de energía empleada para su resolución.

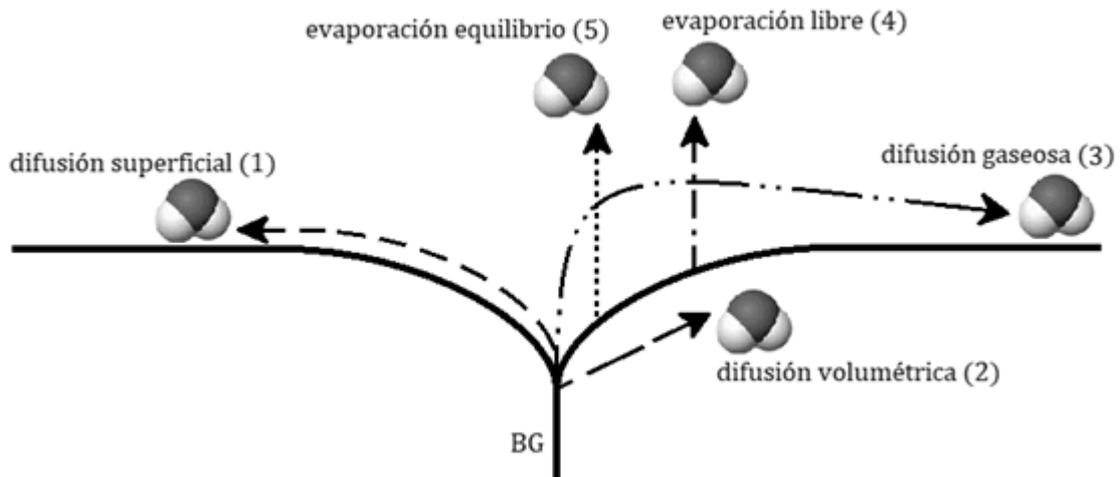


Figura 1.17. Esquema de los procesos físicos presentes en la formación del surco del borde de grano (BG). Adaptado de [44]

Existen cinco mecanismos de transporte posibles (Figura 1.17) que permiten la evolución de un surco de BG:

- 1) Difusión superficial [43] [45] [46] [47].
- 2) Difusión volumétrica [47] [48].
- 3) Difusión gaseosa, donde la presión de vapor de la superficie libre es igual a la presión de vapor de la fase gaseosa y los caminos libres medios de las moléculas son cortos [48].

- 4) Evaporación libre, sin deposición de moléculas de la fase gaseosa sobre la superficie, [45] [47].
- 5) Evaporación en equilibrio con su vapor, donde la presión de vapor de la superficie libre es igual a la presión de vapor de la fase gaseosa y los caminos libres medios de las moléculas son largos [43] [47].

Los cristales de hielo que forman la nieve van transformándose mediante el aporte o pérdida de moléculas de agua mayoritariamente por la difusión del vapor de agua en el aire y por la difusión superficial.

La difusión de vapor de agua en el aire y la difusión superficial sobre hielo están involucradas en la evolución de las formas que adopta la superficie del hielo. El estudio de la morfología de la superficie de hielo permite estudiar las características estructurales de la misma.

Se realizaron diferentes estudios experimentales y teóricos de la superficie del hielo con el fin de poder estudiar parámetros físicos relacionados con el transporte molecular.

W. W. Mullins [43] describió la forma adoptada por la superficie libre de los cristales adyacentes al BG cuando el surco se forma por difusión superficial. En las ecuaciones se asumió que la superficie libre y el BG son isotrópicos y por lo tanto todas sus propiedades físicas no varían con la orientación cristalina. También consideró que el BG y la superficie libre tienen un espesor dado por el volumen atómico, y que los procesos de transporte sobre y desde la superficie involucran átomos individuales.

Caso difusión superficial: Cuando el proceso de transporte molecular es por difusión superficial el semiancho $a(t)$ y la profundidad $p(t)$ (ver Figura 1.16) están dados por las siguientes ecuaciones:

$$a(t) = 2,3(Bt)^{1/4} \quad (6)$$

$$p(t) = 0,967m(Bt)^{1/4} \quad (7)$$

donde $m = \tan(\beta)$, t es el tiempo y se define B acorde a Mullins:

$$B = D_s \gamma_s \Omega^2 \nu / k_B T \quad (8)$$

donde D_s es el coeficiente de difusión superficial, γ_s la energía de la superficie sólido-gas, Ω es el volumen molecular, ν es el número de moléculas por unidad de superficie, k_B constante de Boltzmann y T la temperatura absoluta.

También se puede pensar que el área del perfil removida en el surco del BG por difusión superficial es:

$$A_s(t) = a(t)p(t) \sim 2,3m(Bt)^{1/2} \quad (9)$$

Caso difusión gaseosa: Cuando el transporte molecular es dominado por la difusión gaseosa o difusión volumétrica, el perfil presenta máximos a cada lado del BG. La profundidad del surco $p(t)$ desde uno de dichos máximos y el semiancho $a(t)$ del surco están representados por las siguientes ecuaciones:

$$a(t) = 2,4 (B_g t)^{1/3} \quad (10)$$

$$p(t) = 1,01 m (B_g t)^{1/3} \quad (11)$$

Siguiendo la definición de Mullins se tiene que:

$$B_g = D_g \gamma_s \Omega^2 p_0 / (k_B T)^2 \quad (12)$$

donde D_g es el coeficiente de difusión gaseosa de vapor en aire y p_0 la presión de vapor de saturación.

El área removida en el surco del BG por difusión gaseosa es:

$$A_g(t) = a(t)p(t) \sim 2,4m (B_g t)^{2/3} \quad (13)$$

Un efecto cooperativo entre la difusión superficial y la difusión gaseosa produce un cambio en el área total en un intervalo de tiempo dt

$$dA(t) = dA_g(t) + dA_s(t) \quad (14)$$

Si integramos (14) obtenemos que el área total del BG evoluciona en el tiempo como:

$$A(t) = A_s(t) + A_g(t) + A_0 \quad (15)$$

donde A_0 es el área a t_0 .

Combinando las ecuaciones (9) y (13), el área total $A(t)$ en un surco de BG es:

$$A(t) = 2,3m(Bt)^{1/2} + 2,4m(B_g t)^{2/3} + A_0 \quad (16)$$

Podemos deducir de las ecuaciones (6) y (10) que el semiancho $a(t)$ de un surco de BG puede tener la forma funcional general:

$$a(t) = k (Mt)^{1/n} \quad (17)$$

Donde M puede ser B o B_g , n puede ser 4 o 3 y k puede ser 2,3 ó 2,4. Si conocemos el valor de a_i a un dado tiempo t podemos reescribir (17) como:

$$\left(\frac{a(t)}{a_i} \right)^n = \frac{t}{t_i} \quad (18)$$

También se puede reescribir (17) como:

$$M = \frac{\left(\frac{a_i}{k} \right)^n}{t_i} \quad (19)$$

Mullins y Shewmon [49] estudiaron el surco del BG en la superficie del cobre. Considerando por primera vez la actuación simultánea de los procesos de difusión superficial y difusión gaseosa, estos autores obtienen una ecuación trascendente para la evolución del ancho del surco del BG. Posteriormente Srinivasan y Trivedi [50] también consideraron en conjunto la difusión superficial

y la difusión gaseosa en cobre. Obtuvieron una solución analítica para la evolución de la curva y del surco en función de la posición x y el tiempo t con buenos resultados para el cobre:

$$y(x, t) = m(Bt)^{1/4} \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{1}{k^2} [e^{(-k^4 - p_c k^3)} - 1] \cos(ku) dk \quad (20)$$

donde $u = x/(Bt)^{1/4}$ y se define p_c como:

$$p_c = \left[\frac{(B_g t)^{1/3}}{(Bt)^{1/4}} \right]^3 \quad (21)$$

A partir del parámetro p_c entonces queda establecida una relación entre la difusión gaseosa y la superficial. Dada la complejidad analítica que presenta la ecuación (20), para la resolución computacional¹ los autores diferencian dos casos particulares: $p_c \ll 1$ (dominado por la difusión superficial) y $p_c \gg 1$ (dominado por la difusión gaseosa).

Caso 1: $p_c \ll 1$

$$y(x, t) = m(Bt)^{1/4} Z^s \quad (22)$$

donde:

$$Z^s = u + \frac{1}{2\pi} \sum_{l=0}^{\infty} \frac{(-1)^l u^{2l}}{(2l)!} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n p_c^n}{n!} \Gamma\left(\frac{3n + 2l + 1}{4}\right) \quad (23)$$

sin confundir la función gama $\Gamma(x)$ con la densidad planar Γ .

Caso 2: $p_c \gg 1$

$$y(x, t) = m(B_g t)^{1/3} Z^g \quad (24)$$

donde:

$$Z^g = v + \frac{1}{2\pi} \sum_{l=0}^{\infty} \frac{(-1)^l v^{2l}}{(2l)!} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n q^n}{n!} \Gamma\left(\frac{4n + 2l + 1}{3}\right) \quad (25)$$

siendo $v = x/(B_g t)^{1/3}$ y $q = p_c^{-4/3}$; y sin confundir la función gama $\Gamma(x)$ con la densidad planar Γ .

Itagaki y Tobin [51] [52] estudiaron la evolución del surco formado mediante un alambre caliente sobre la superficie del hielo. Considerando los distintos procesos físicos actuantes sobre la evolución del surco superficial, estos autores concluyeron que no había un proceso dominante por sobre los otros. El ensanchamiento de un surco sobre la superficie del hielo dominado por la difusión superficial fue estudiado por Nasello y col. [53], en ese trabajo determinaron los valores para el coeficiente de auto-difusión superficial en el hielo.

¹ El trabajo de Srinivasan y Trivedi data de 1963, por lo que la capacidad de cómputo con la que se realizó es mucho menor a la actual.

1.5 Energía relativa de borde de grano en hielo

La energía y la estructura de los bordes de grano en hielo puro y contaminado ha sido estudiada previamente [54] [15] [55] [56] [57] [30] a través del surco formado cuando un BG emerge a la superficie del material [43].

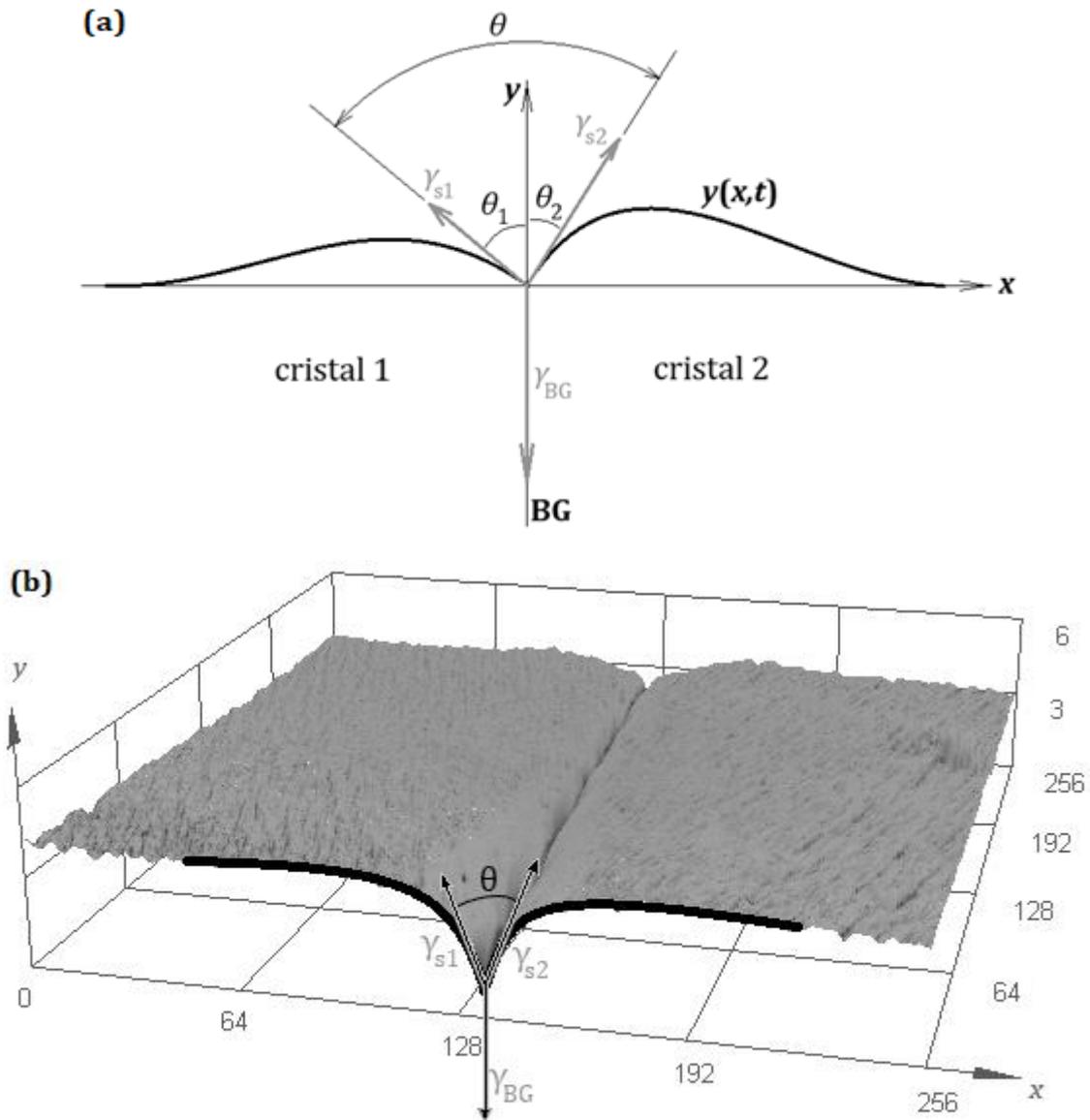


Figura 1.18. a) Ilustración esquemática de perfil $y(x,t)$ del borde de grano BG sobre la superficie libre como función de la posición x y del tiempo t y su balance de tensiones γ (no a escala); adaptado de [42]. b) La misma ilustración esquemática de (a) pero superpuesta a una micrografía confocal 3D de un borde de grano sobre la superficie de hielo (escala en μm), el eje z se encuentra perpendicular a los ejes x y y .

El perfil del surco $y(x,t)$ se vuelve a mostrar en la Figura 1.18a para considerar los ángulos indicados en el cálculo energético. El surco viene caracterizado por los ángulos θ_1 y θ_2 , que son los que se subtienen sobre el vértice entre el plano del BG y la superficie del perfil y se define $\theta := \theta_1 + \theta_2$. El surco es simétrico ($\theta_1 = \theta_2$) si la energía de la superficie libre γ_s es la misma a ambos lados del BG, y se define γ_s como isotrópica. De la misma manera, cuando

$\gamma_{s1} \neq \gamma_{s2}$ se las define anisotrópicas y el surco se forma de manera asimétrica ($\theta_1 \neq \theta_2$). La micrografía de la Figura 1.18b muestra la superficie de la muestra luego de 3 horas de evolución, habiendo partido originariamente de una superficie plana.

La energía superficial del BG (γ_{bg}) puede ser escrita como:

$$\gamma_{bg} = \gamma_{s1} \cos(\theta_1) + \gamma_{s2} \cos(\theta_2) - \left(\frac{\partial \gamma_{s1}}{\partial \theta_1} \right) \sin(\theta_1) - \left(\frac{\partial \gamma_{s2}}{\partial \theta_2} \right) \sin(\theta_2) \quad (26)$$

Los términos $\partial \gamma_{s1} / \partial \theta_1$ y $\partial \gamma_{s2} / \partial \theta_2$ se corresponden al “torque de Herring” [58] [59]. Mykura [60] determinó que cuando el BG está cerca de una faceta el torque alcanza su máximo valor. Libbrecht [61] determinó que $\partial \gamma_s / \partial \theta \sim 3 \text{ mJ/m}^2$. Boinovich [62] encontró que $\gamma_s \sim 98 \text{ mJ/m}^2$ para $T = -18^\circ \text{C}$, por lo que $\left(\frac{\partial \gamma_{si}}{\partial \theta_i} \right) \frac{\sin(\theta_i)}{\gamma_s} \sim 0,03$. Por lo que el torque resulta despreciable al momento de considerar el coeficiente $\gamma_{bg} / \gamma_s \sim 1,4$.

Cuando se desprecian los términos correspondientes al torque de Herring y $\gamma_{s1} \neq \gamma_{s2}$ [63], la Ecuación (26) puede ser escrita como:

$$\gamma_{bg} = \gamma_{s1} \cos(\theta_1) + \gamma_{s2} \cos(\theta_2) \quad (27)$$

La Ecuación (27) es análoga a la de un triángulo de fuerzas y es por eso que suele llamarse *tensión de borde de grano* a γ_{bg} y *tensión superficial* a las γ_s . Aunque no debe olvidarse que se trata siempre de densidades de energía por unidad de superficie.

Recordando que $\theta = \theta_1 + \theta_2$, a partir de la Ecuación (27) se tiene que

$$\frac{\gamma_{bg}}{\sin(\theta)} = \frac{\gamma_{s1}}{\sin(\theta_2)} = \frac{\gamma_{s2}}{\sin(\theta_1)} \quad (28)$$

Cuando la energía superficial es isotrópica el torque de Herring es despreciado, cumpliéndose que $\gamma_s = \gamma_{s1} = \gamma_{s2}$. Los valores de la energía relativa superficial γ_{bg} / γ_s entonces pueden ser obtenidos como:

$$\frac{\gamma_{bg}}{\gamma_s} = 2 \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (29)$$

La energía relativa superficial del hielo ha sido estudiada en función a la desorientación cristalina [54] [15], pero pocos trabajos han documentado su dependencia con la inclinación del BG [55]. Estos autores consideraron isotrópica a la energía superficial en sus trabajos sin reportar incidencia del torque de Herring.

2 Materiales y métodos

Para las mediciones presentadas en este manuscrito, son necesarias una serie de técnicas generales. Estas técnicas consisten en: la toma de réplicas plásticas (sección “Réplicas plásticas”), producción de monocristales (sección “Producción de monocristales de hielo”) y bicristales de hielo (sección “Obtención de muestras bicristalinas de hielo”) de hielo, réplicas plásticas en anillos (sección “Réplicas en anillos”) y la determinación de la desorientación cristalina (secciones “Determinación de la inclinación α del borde de grano sobre la superficie de bicristales $\langle 0\ 0\ 0\ 1 \rangle / \varphi$ ” y “Determinación de la inclinación α del borde de grano sobre la superficie de bicristales $\langle 1\ 1\ -2\ 0 \rangle / \varphi$ ”).

El montaje experimental para el estudio de los mecanismos de formación, forma y energía relativa del surco de borde de grano; se explican por fuera de la subsección de técnica general.

2.1 Técnica general

2.1.1 Réplicas plásticas

La orientación de los cristales fue determinada mediante el método de réplicas plásticas, mencionado por Higuchi [64] [65] y utilizado por otros autores para el estudio de superficies cristalinas de diferentes materiales [66] [23] [67] [55] [68]. Esta técnica copia un negativo de la superficie cristalina sobre una película plástica de formvar®.

Dentro de la cámara frigorífica a una temperatura de aproximadamente $-13\ ^\circ\text{C}$, se pule el cristal mediante un micrótopo (Figura 2.1). Sobre la superficie de hielo pulida se esparce una película muy delgada de solución de formvar® al 1% en 1-2 dicloroetano e inmediatamente se reposa la muestra en un desecador con sílica gel. En esta primera etapa luego de evaporarse el solvente se forman microporos en la película plástica. Esto conduce a un ataque térmico [69], donde se produce la sublimación del hielo a través de los microporos gracias al desecante. La superficie del cristal sublima de manera preferencial copiando la estructura cristalina, dando lugar a las figuras de ataque térmico o *thermal etch pits*, también llamados simplemente *pits*. En la Figura 2.2 se muestra un esquema simplificado de la Figura 1.2, que representa la estructura del hielo. Las caras hexagonales del prisma representan los planos basales (0001) y las caras laterales los planos prismáticos secundarios ($11\bar{2}0$). A unos 30° de los planos prismáticos principales y perpendiculares a los planos basales están los planos prismáticos primarios ($10\bar{1}0$). De acuerdo a Higuchi [64] [65] cuando el plano de pulido del hielo coincide con un plano prismático secundario ($10\bar{1}0$), la figura de ataque que se observa es una caja rectangular con su fondo plano. Las figuras observadas para diferentes orientaciones cristalinas de la superficie han sido presentadas en la Figura 2.2.



Figura 2.1. Desbaste y pulido de una muestra cristalina. El cristal de hielo se adhiere mediante calor a un portaobjetos de vidrio para su manipulación. A cada paso de la hoja del micrótopo la platina asciende un paso. El paso de ascenso de la platina es regulable y va desde los $0\ \mu\text{m}$ a los $30\ \mu\text{m}$. El proceso se realiza dentro de una cámara frigorífica para preservar la muestra.

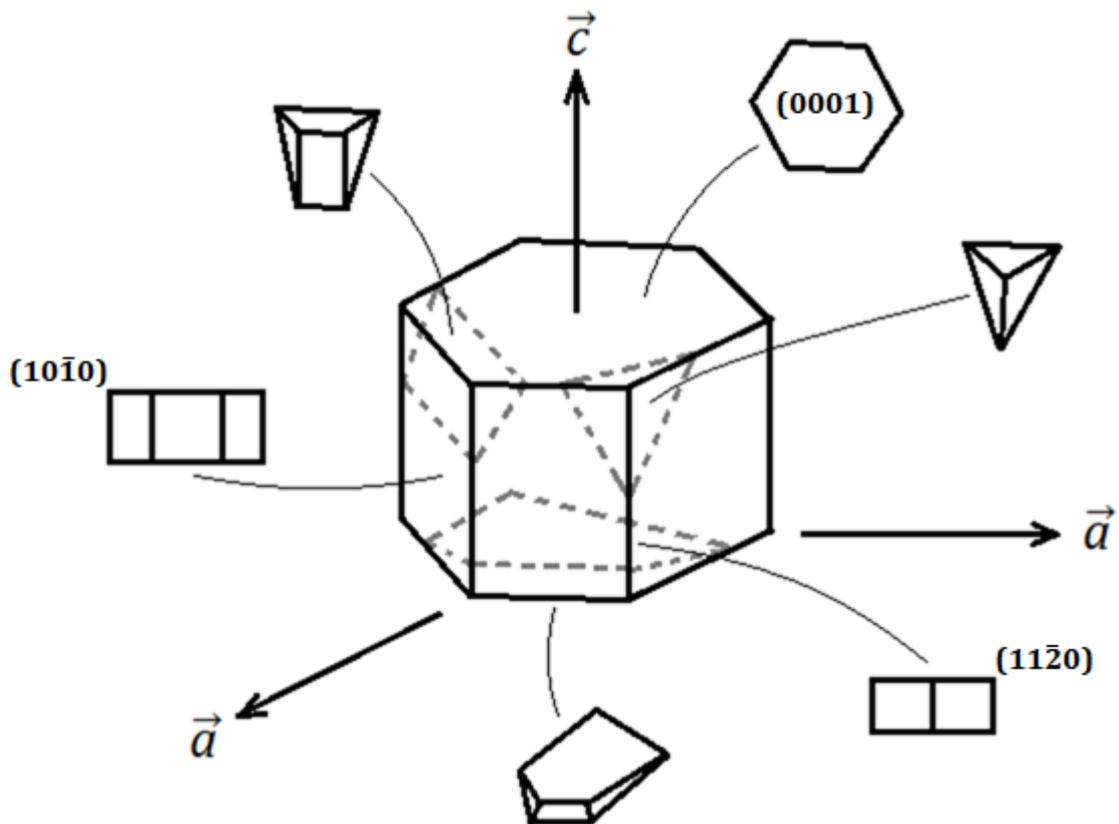


Figura 2.2. Diagramas esquemáticos de varios tipos de figuras de ataque térmico (thermal etch pits) que se pueden formar en hielo [70].

Transcurridos 13 minutos, se extrae la muestra del desecador y se vierte inmediatamente sobre la superficie una capa gruesa de solución de formvar® al 4% en 1-2 dicloroetano. La muestra se vuelve a colocar dentro del desecador y se deja reposar hasta el otro día para la evaporación completa del solvente. La segunda capa de solución de formvar® detiene el ataque térmico y rellena las figuras de ataque, originando también un ataque químico de la superficie. Luego de detener la sublimación superficial, la solución llena las figuras de ataque y luego del fraguado se despegar de la superficie. Finalmente, la película plástica se aplica sobre un portaobjetos con los pits hacia arriba para poder ser observados.

En la Figura 2.3 se presenta la imagen de una parte de la réplica plástica de la superficie de un bicristal de hielo. La misma fue obtenida mediante un microscopio óptico marca OLIMPUS y en la figura se presenta la escala. En la réplica se puede ver una raya profunda casi horizontal que representa el borde de grano y las figuras de ataque térmico-químico a ambos lados del mismo. Las figuras de ataque presentan las mismas características y de acuerdo la Figura 2.2 el plano a ambos lados del BG es $(11\bar{2}0)$. Se deduce por lo tanto que ambos cristales fueron rotados alrededor del eje $(11\bar{2}0)$ un ángulo de rotación cercano a 60° . En ese caso el bicristal era representado con la notación $\langle 11\bar{2}0 \rangle / 60^\circ$, indicando eje cristalino de rotación (notación de Miller) y ángulo de rotación.

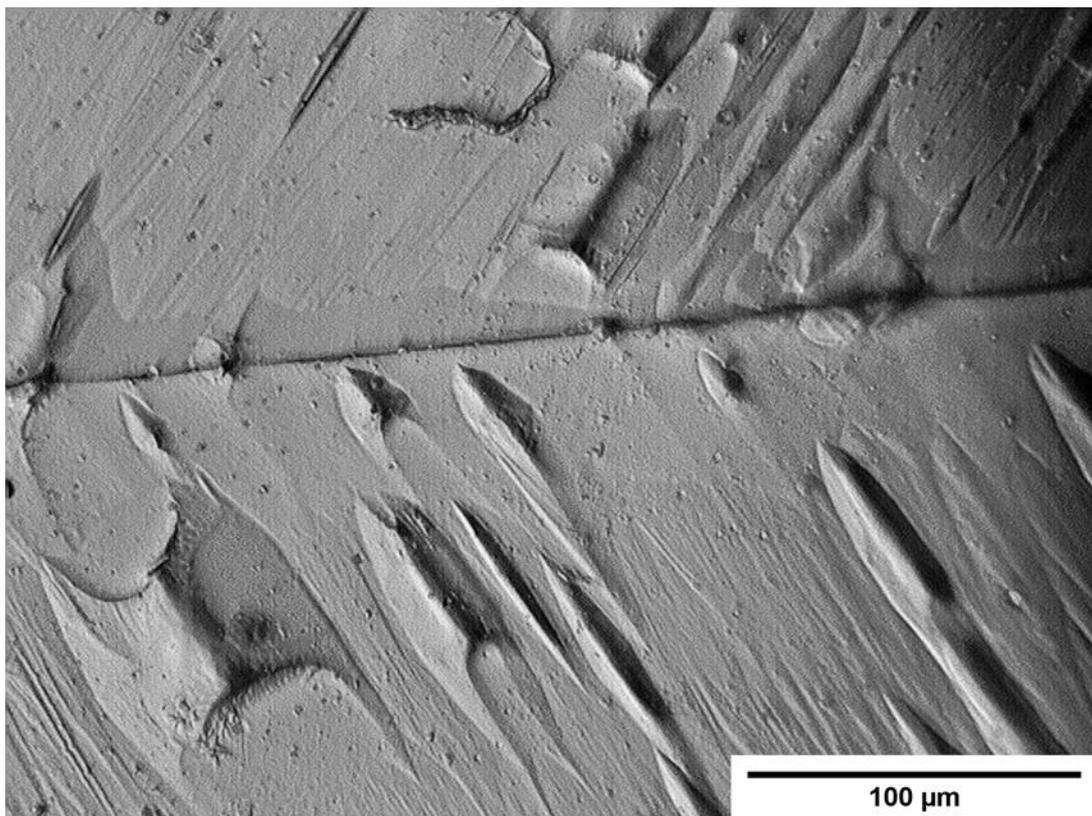


Figura 2.3. Micrografía de réplica plástica de una muestra cristalina sobre el plano $(11\bar{2}0)$, con detalle del borde de grano.

A modo de ejemplo se presenta también partes de las réplicas plásticas de los bicristales $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 60^\circ$ (Figura 2.4) y el bicristal $\langle 0001 \rangle / 17^\circ$ (Figura 2.5) obtenidas mediante microscopio óptico.

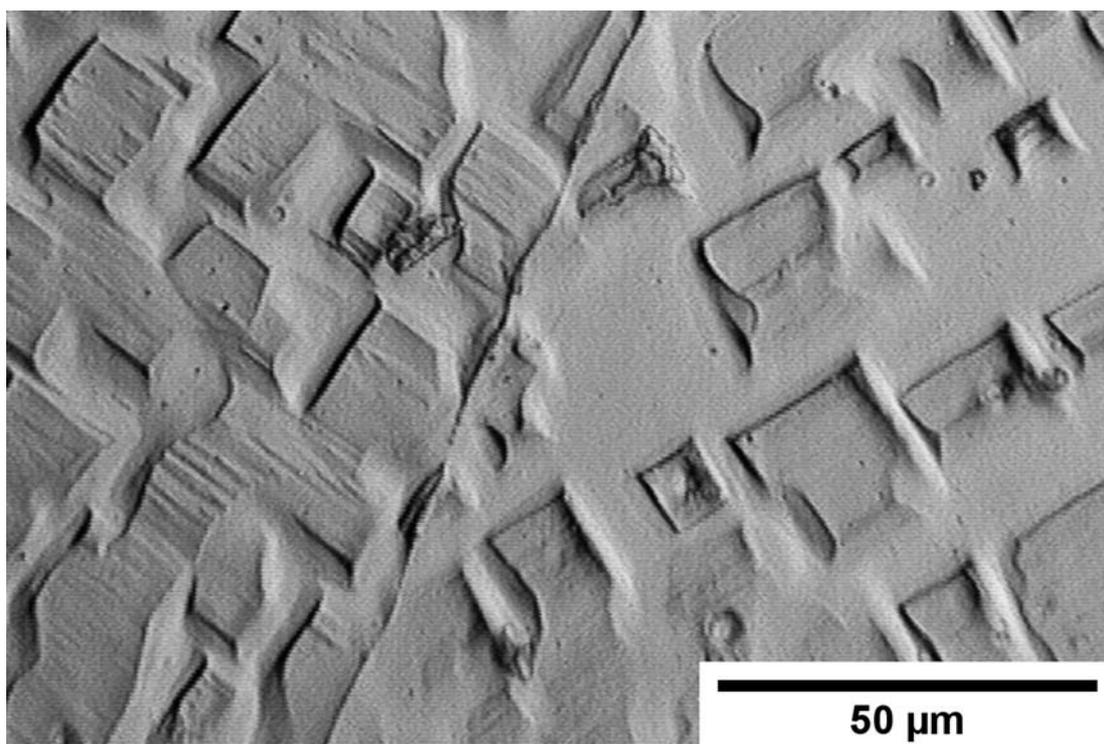


Figura 2.4. Micrografía de réplica plástica de una muestra cristalina sobre el plano $(10\bar{1}0)$, con detalle del borde de grano.

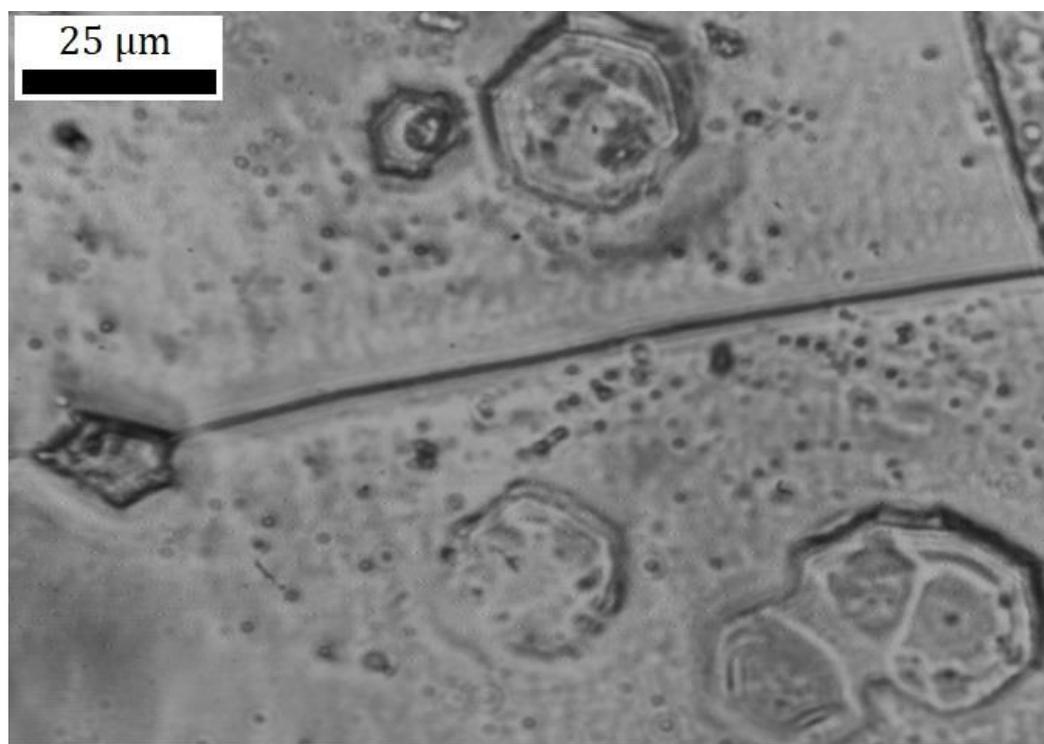


Figura 2.5. Micrografía de réplica plástica de una muestra cristalina sobre el plano (0001) , con detalle del borde de grano.

En la Figura 2.6 se presenta una parte de la réplica plástica donde podemos ver sólo el BG. El BG presenta múltiples inclinaciones y en la línea de

puntos se ubica la inclinación del BG que coincidía con un plano de simetría ($\alpha = 0$) para la desorientación cristalina del bicristal.

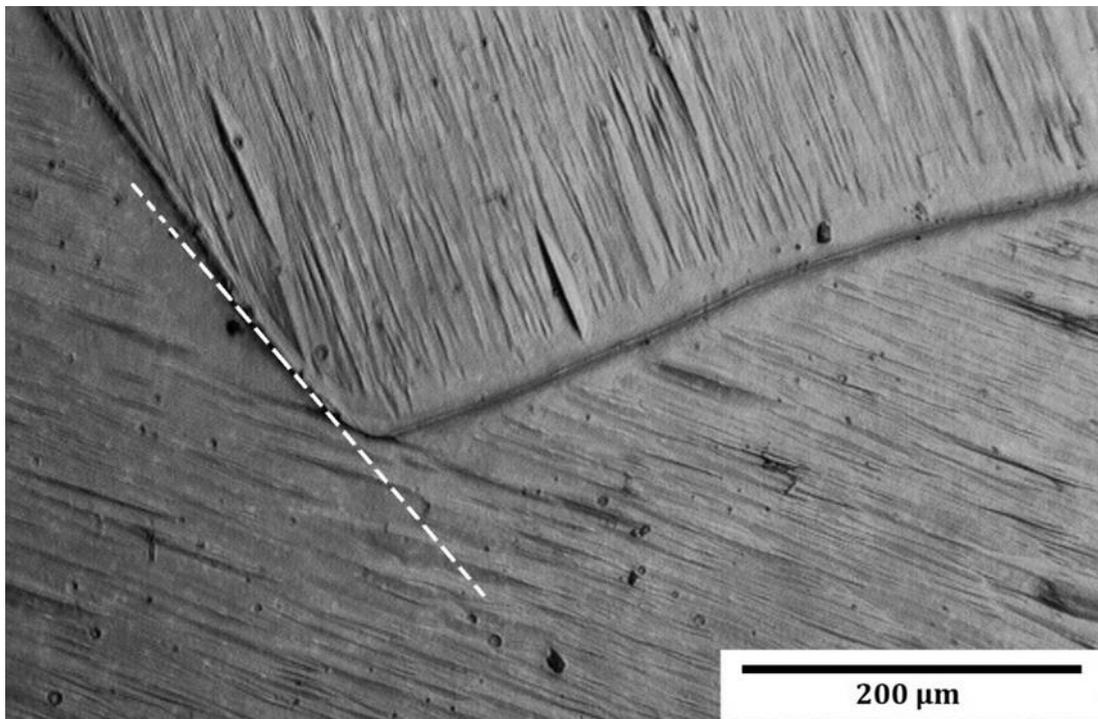


Figura 2.6. Micrografía de réplica plástica de una muestra cristalina sobre el plano $(1\ 1\ \bar{2}\ 0)$. Se puede apreciar distintas inclinaciones α del borde de grano. En particular la inclinación $\alpha = 0$ correspondiente a una zona simétrica se indica con línea de trazos.

Una consideración importante al aplicar la primera capa de formvar®, es que si bien tiene que cubrir toda la superficie, debe ser lo más delgada posible para permitir la formación de microporos entre la superficie del hielo y el aire seco. El tiempo de desecado debe ser suficiente para permitir el crecimiento de las figuras por sublimación (~10 minutos). Pero si se permite el sublimado por tiempos muy prolongados las figuras comienzan a deformarse (~ 15 minutos).

Si la segunda capa de formvar® es demasiado gruesa el solvente se evapora muy lento y el ataque químico deforma los pits. Si la segunda capa de formvar® es demasiado delgada, los pits van a lograr una muy buena resolución, pero la película plástica no va a tener resistencia mecánica para poder ser despegada de la superficie de hielo. El criterio para el grosor de la película se obtiene en la práctica logrando que sea lo suficientemente fina para observar los pits, pero que no se destruya al extraerla. En la Figura 2.7a resalta un solo hexágono central producido por ataque térmico, rodeado de figuras de ataque químico. En la Figura 2.7b se aprecian las figuras de ataque térmico sobre el plano $(11\bar{2}0)$. Mientras que en la Figura 2.7c se tiene también el plano $(11\bar{2}0)$ pero el ataque químico deformó completamente los pits sublimados durante el ataque térmico.

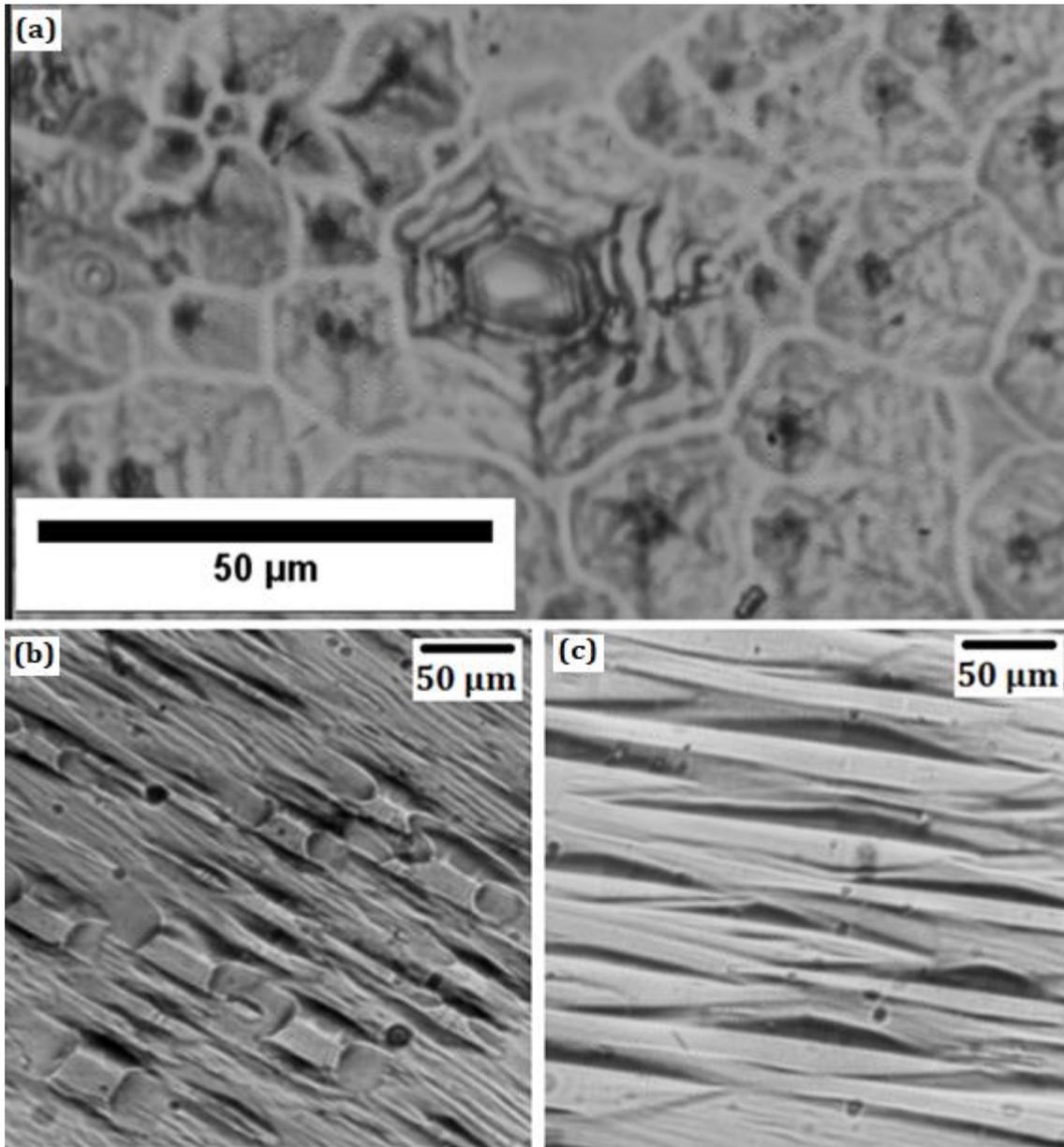


Figura 2.7. Micrografías de réplicas plásticas sobre la superficie de cristales de hielo. a) Figuras de ataque químico sobre el plano $(0\ 0\ 0\ 1)$, en el centro puede observarse el remanente de una figura de ataque térmico. b) Figuras de ataque térmico sobre el plano $(1\ 1\ \bar{2}\ 0)$, puede apreciarse la forma de “carpa”. c) Figuras de ataque químico sobre el plano $(1\ 1\ \bar{2}\ 0)$.

2.1.2 Producción de monocristales de hielo

Todas las muestras cristalinas de hielo fueron fabricadas con agua destilada filtrada en un *Millipore Simplicity Water Purification System SIMS60000* (conductividad del agua filtrada con una concentración de impurezas de 10^{-2} ppm). El método empleado consiste en la técnica desarrollada por Di Prinzio [33]. Para producir un monocristal de hielo con una orientación determinada, se parte de otro cristal más pequeño con esa misma orientación, el cual se sumerge en agua y se deja crecer lentamente. Llamamos a este proceso *sembrado*, y al cristal originario lo llamamos *semilla*.

Para producir una semilla, se parte de un policristal al que se le realiza una réplica plástica (ver sección “Réplicas plásticas”) para determinar la ubicación y orientación de los granos.

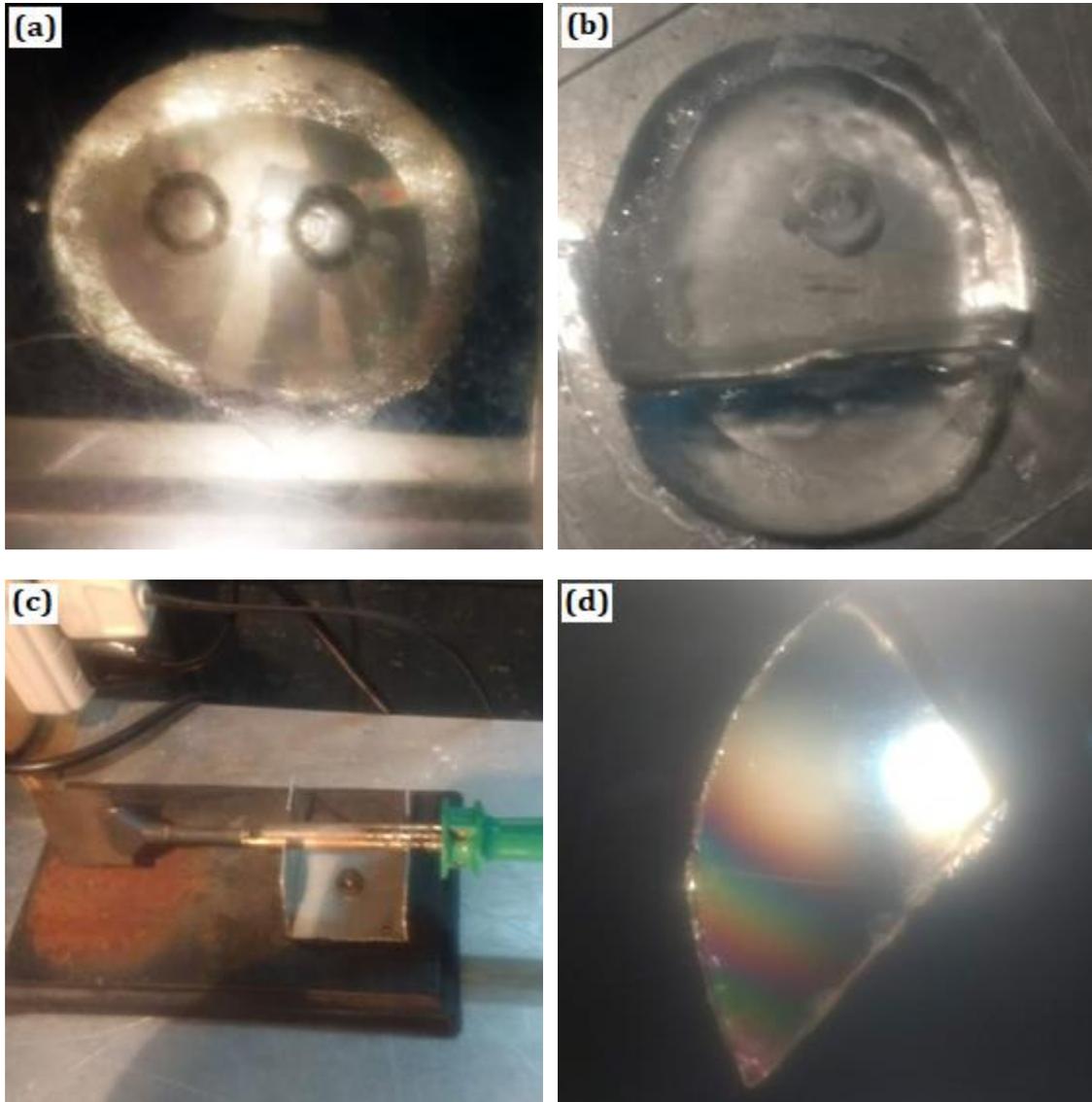


Figura 2.8. a) Muestra policristalina de hielo entre polaroides cruzados. b) Uno de los granos del cristal es separado cortando con calor la muestra. c) Herramienta de calor para marcación y corte. d) Monocristal de hielo entre polaroides cruzados.

Luego de extraer la réplica plástica, el policristal se vuelve a pulir con un micrótopo y se coloca entre polaroides cruzados. El hielo es un material birrefringente y posee un eje óptico perpendicular al plano basal. Por lo tanto, la luz polarizada incidente emerge con distinta polarización en los granos con diferente desorientación cristalina. La luz emergente del policristal se analiza con un polarizador y por el efecto de la birrefringencia cada grano aparece con un color (o tono de gris) diferente. De esta manera se puede observar la ubicación de los distintos granos por medio de la luz polarizada (Figura 2.8a), al superponer la réplica plástica se puede marcar la zona del grano a cortar (Figura 2.8b). La marcación y corte del cristal se realizan con calor (Figura 2.8c). El cristal extraído se observa nuevamente entre polaroides cruzados para verificar que sea un

monocristal perfecto (Figura 2.8d), de haber cristales secundarios se eliminan con calor. La iridiscencia observada en la Figura 2.8d se debe a que la iluminación no es paralela e incide sobre el cristal a distintos ángulos; no hay zonas con cambios bruscos de iluminación dentro del volumen como se observa en la Figura 2.8a. Los pequeños granos sobre los costados del monocristal se eliminan con calor y un posterior lavado con agua a temperatura ambiente.

El monocristal obtenido se guarda inmediatamente en una caja de Petri y dentro de un recipiente térmico para su transporte. Todo el proceso de pulido y corte de la semilla se realiza dentro de una cámara frigorífica a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

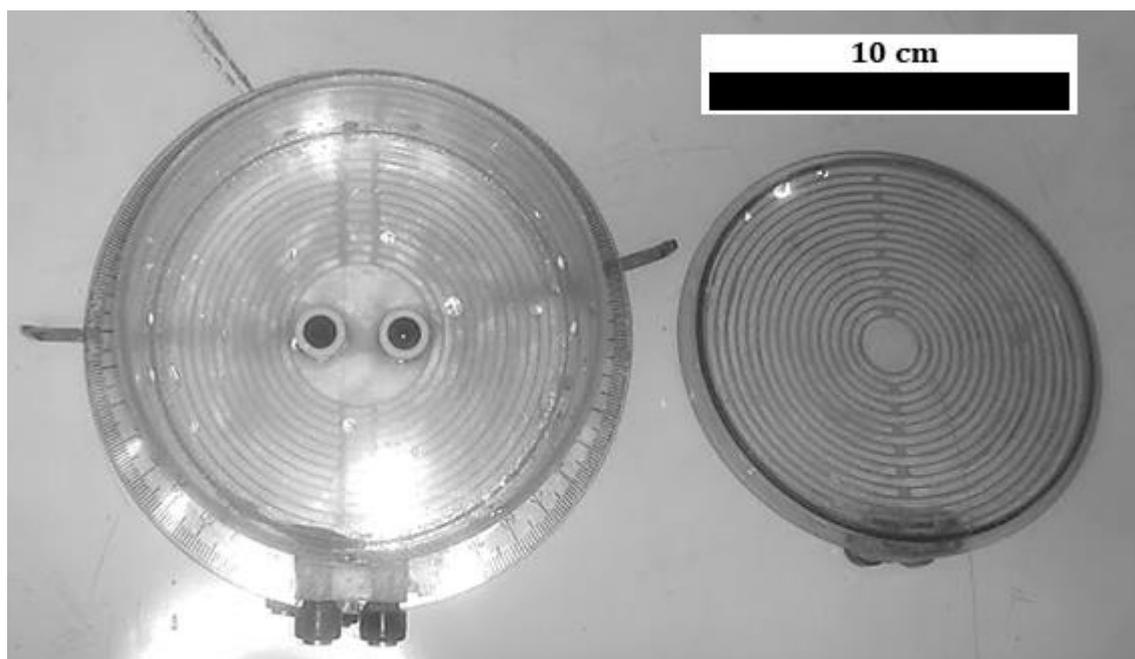


Figura 2.9. Detalle de la cristalera acrílica y su tapa. Sobre la superficie de la tapa, pared y base hay tres resistencias eléctricas independientes, y sobre las cuales se aplica tres voltajes diferentes. Al aplicar voltaje sobre las resistencias, el calor generado evita el congelamiento del agua circundante a la semilla cristalina. En el centro de la cristalera se pueden observar dos bornes metálicos de color negro rodeados por una capa blanca de teflón. Cada borne puede rotar independientemente del otro gracias a unas varillas de bronce que se extienden a los costados. Rodeando la cristalera se puede observar un transportador a cada costado, lo que permite regular el ángulo que se rotan las varillas adosadas a los bornes.

Para el proceso de sembrado se utiliza una cristalera (Figura 2.9) construida en las instalaciones de la facultad. Este dispositivo de forma cilíndrica posee resistencias eléctricas independientes en su tapa, pared y base. Al aplicar un voltaje sobre cada una de estas resistencias, las superficies a las que están adosadas se convierten en fuentes de calor. Por otro lado, la cristalera en su base dispone de dos bornes metálicos que pueden ser rotados. Estos bornes atraviesan la base y por medio de grasa siliconada se adosan a una gran base metálica. Todo el conjunto se coloca en el interior de un frízer² horizontal sobre una gran base metálica de 1 cm de espesor, la base metálica funciona como un gran disipador y los bornes metálicos se convierten en sumideros de calor separados. La semilla es lavada de impurezas (y posibles cristalitos) con agua

² **Frízer:** Adaptación gráfica propuesta para la voz inglesa freezer, ‘electrodoméstico para congelar y conservar alimentos’. [91]

ultrapura a temperatura ambiente y se coloca en contacto solidario con los bornes metálicos de la cristalera (Figura 2.10a). Una vez que la semilla adhirió al metal, muy lentamente y sin producir burbujas se vierte agua ultrapura cercana a los 0 °C hasta cubrir la muestra. La cristalera se cierra y se deja reposar manteniendo los voltajes de tapa, pared y base constantes. Cuando el cristal alcanza el tamaño deseado (~24 hs) se apaga el sistema, se vacía el agua residual y se deja reposar a temperatura ambiente (~ 10 minutos) con la tapa puesta. Una vez que el cristal se despegó de la base (Figura 2.10b), se coloca mojado sobre un portaobjetos helado para su adherencia.

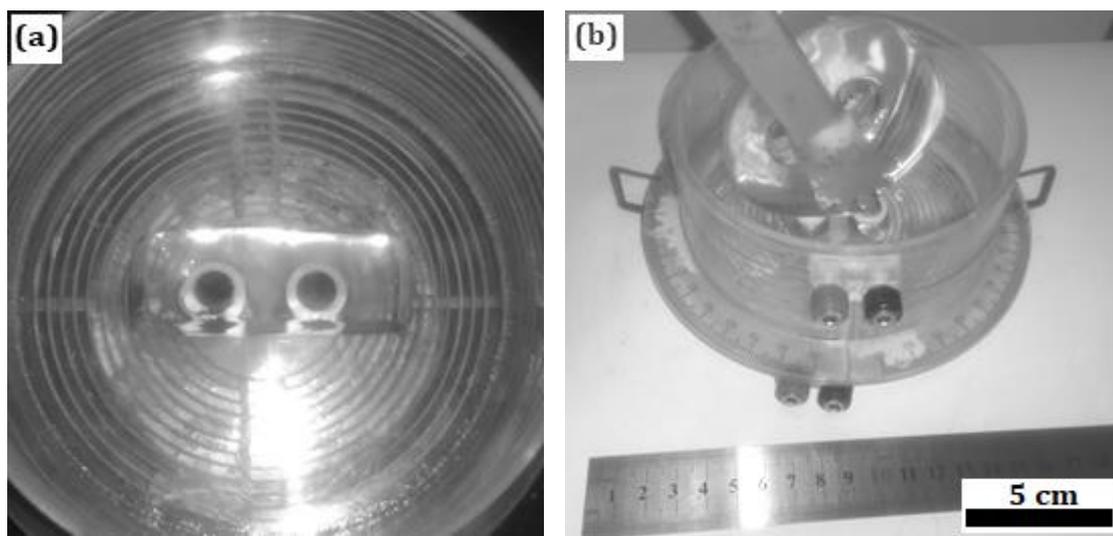


Figura 2.10. a) Semilla monocristalina, una vez que esta se adhiere a los bornes metálicos se cubre con agua próxima a los 0 °C y se permite evolucionar hasta el día siguiente con las resistencias encendidas. b) Cuando la muestra alcanzó el tamaño deseado se vierte el agua sobrante y luego de 10' se desmolda con pinzas.

El almacenamiento de las muestras se realiza en bolsas individuales de nylon. Esto evita que se contaminen como también que se pierda material debido a sublimación.

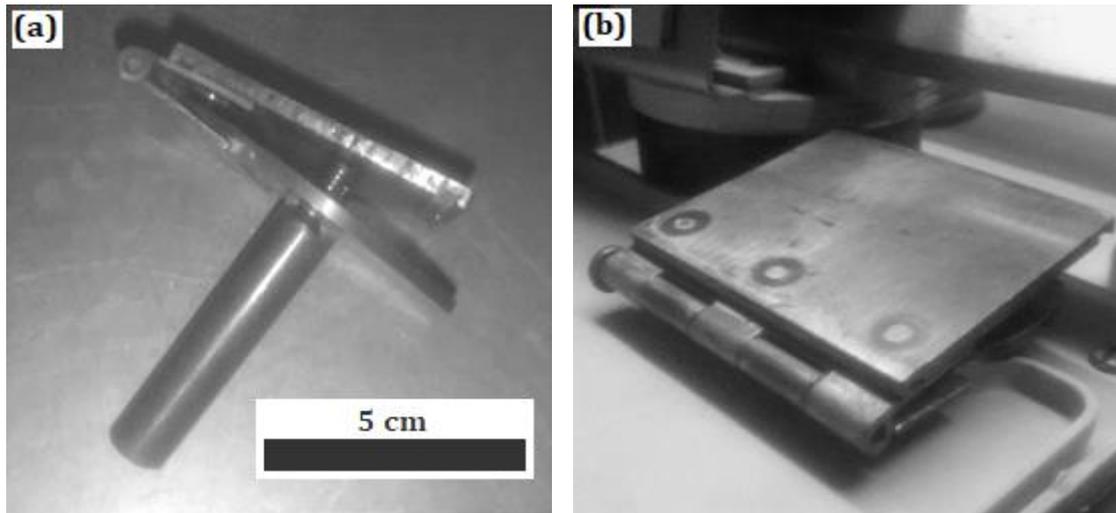


Figura 2.11. Platina de bronce de inclinación variable para el pulido del hielo a distintos ángulos: a) suelta y b) montada en el micrótopo.

Para producir monocristales con el eje $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ perpendicular a la superficie, se realizó el procedimiento que se detalla a continuación. Sobre un monocristal $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ (obtenidos de muestras estudiadas por Druetta y col [68]) se realiza una réplica plástica y se identifica la dirección del eje \vec{c} , que se transporta sobre el portaobjetos del cristal y luego se marca con calor sobre la muestra. La muestra se adhiere con el eje \vec{c} paralelo ($\pm 5^\circ$) al eje de rotación de una platina de inclinación variable (Figura 2.11) construida en las instalaciones con este fin.

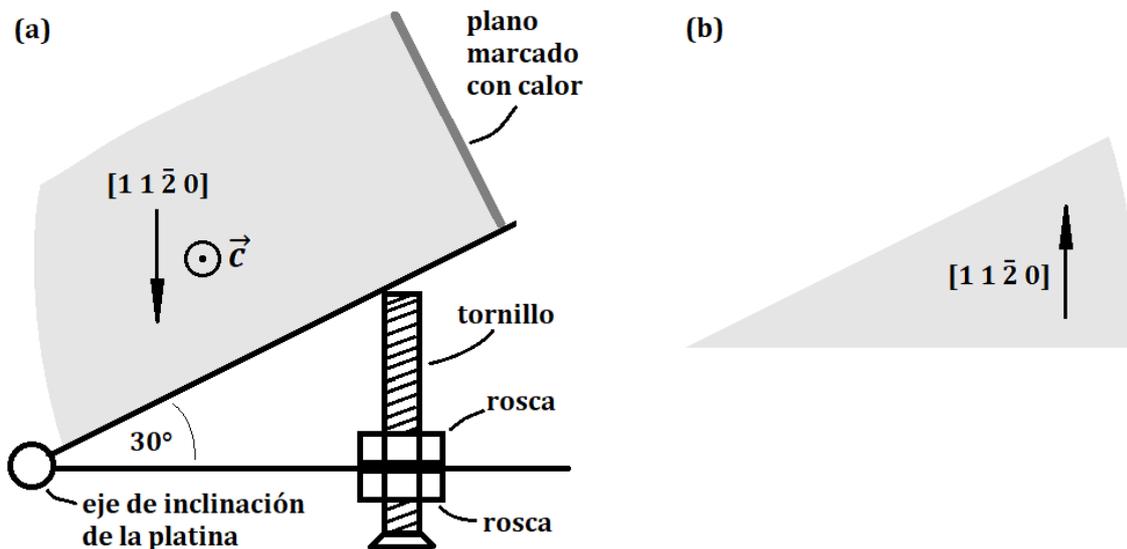


Figura 2.12. a) Un monocristal se adhiere con el plano $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ sobre la platina de bronce, con el eje \vec{c} paralelo al eje de rotación de la platina. Se aplica la inclinación deseada y luego de ajustar las tuercas se barre con el micrótopo. Antes de adosar la muestra a la platina, se marca con calor (en gris oscuro) un plano paralelo a \vec{c} . b) La superficie desbastada pasar a ser la base de la semilla a crecer en la cristalera.

Con la muestra adherida a la platina (Figura 2.12a), se giran los dos tornillos hasta lograr una inclinación de $30,0^\circ \pm 0,1^\circ$ y se ajustan las roscas a cada costado de la platina. Al barrer con el micrótopo, el desbaste se produce de manera horizontal hasta conseguir una superficie con el tamaño deseado. La

muestra se desprende de la platina y se invierte (Figura 2.12b), de manera que la superficie pulida pasa a ser la base del cristal. La muestra se lava con agua a temperatura ambiente y se utiliza como semilla cristalina. Finalmente, se aplica una réplica plástica sobre el monocristal obtenido y se verifica su orientación cristalina. Debido al error experimental en la transportación de los ejes y ángulos, el proceso se repite las veces necesarias hasta poder conseguir un monocristal adecuado.

Para producir monocristales con el eje $\langle 0001 \rangle$ perpendicular a la superficie se trabajó de manera similar que para el eje $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Primero se transporta la dirección del eje $\langle 0001 \rangle$ sobre el monocristal y se corta perpendicularmente con una sierra. La cara rebanada sirve como base para la nueva semilla cristalina y se repiten los intentos hasta obtener hexágonos perfectos en las réplicas plásticas.

2.1.3 Obtención de muestras bicristalinas de hielo

Los bicristales fueron producidos a partir de semillas monocristalinas y la técnica se basa en la desarrollada por Di Prinzio [33] y por Druetta [71]. El proceso nace con la preparación de una semilla monocristalina como se explicó en la sección "Producción de monocristales de hielo". El proceso de sembrado es casi idéntico que para monocristales. Una vez que la semilla adhiere sobre los bornes, ésta se corta con calor para tener dos semillas separadas. Las semillas se rotan a la desorientación φ deseada, se cubren con agua y se permite evolucionar el sistema.

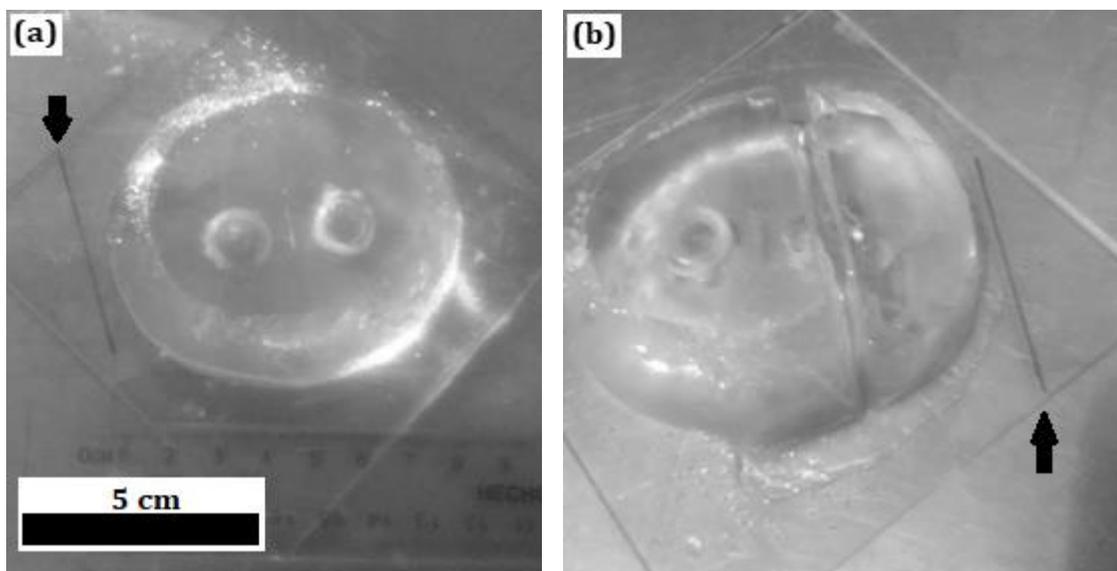


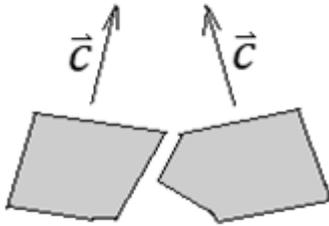
Figura 2.13. Cortado de semilla cristalina, a) luego de superponer la réplica plástica sobre la muestra se tiene una dirección aproximada de un eje cristalino (con marcador sobre el vidrio y la flecha negra indica su posición); b) la muestra es cortada respetando la dirección del eje cristalino elegido (marcada sobre el vidrio y la flecha negra indica su posición).

A la hora de girar las semillas es necesario conocer la orientación de los ejes principales en la muestra cristalina. Esto se logra primero indicando la

dirección de uno de los ejes en la réplica plástica. El método usado fue por observación directa de la réplica en el microscopio, se rota la réplica de manera que el eje a transportar quede vertical al plano de observación. Luego se traza una vertical sobre el portaobjetos de la réplica. La réplica luego es superpuesta sobre el monocristal a cortar y en el portaobjetos del cristal se indica la dirección del eje (Figura 2.13a). Finalmente, el segmento del cristal se corta respetando esa dirección (Figura 2.13b). Como puede deducirse, todo este proceso conlleva un error experimental ($\pm 5^\circ$) en la determinación de los ejes de la semilla a sembrar.

Fue muy difícil lograr fabricar bicristales con BG tilt simétrico y totalmente planos, debido al error experimental ($\pm 5^\circ$) en la determinación de los ejes de la semilla y posibles diferencias en el proceso de crecimiento. Para poder lograr una zona del BG simétrica se fabricaron bicristales con BG tilt con forma de cuña y en general con múltiples inclinaciones. En los BG curvos, debido al amplio abanico de valores que toma la inclinación α , es muy alta la probabilidad de encontrar una región del BG donde el BG es simétrico. Los BG curvos se logran con diferentes flujos de calor en cada borne de la cristalera. Uno de los bornes es limpiado de la grasa siliconada y envuelto en nylon antes de encastrar la cristalera en la base metálica. Luego de adherir el monocristal con la dirección del eje principal conocido a los bornes, se corta con calor de manera irregular formando una cuña con la semilla que tiene menor flujo de calor (Figura 2.14). Se rotan las semillas a la desorientación deseada, se vierte el agua ultrapura hasta cubrir la muestra y se permite evolucionar de manera idéntica que para la producción de monocristales. Si la temperatura del agua no está lo suficientemente cercana a 0°C , la asimetría que se propone no llega a ser lo suficientemente marcada (con $T > 0^\circ\text{C}$ se derrite parte de la superficie y se pierde la cuña formada). Experimentalmente se lograron buenos resultados cuando el agua que va a llenar la cristalera se encuentra propiamente a 0°C , en equilibrio con su fase sólida. El vertido de agua en equilibrio con hielo hay que hacerlo con sumo cuidado, a la cristalera solamente debe ingresar agua líquida; si ingresan cristales de hielo servirían como semillas. Respetando todo este proceso se logra un crecimiento asimétrico y el grano con mayor flujo de calor “envuelve” al otro (Figura 2.15). Mediante este método la asimetría es más marcada en la base del bicristal (desde donde crece), y se vuelve menos marcada hacia arriba. Por esto último es conveniente trabajar con la base del bicristal: primero se desbasta arriba con el micrótopo y esa zona pulida sirve de base para adherirse al portaobjetos (Figura 2.16).

(a)



(b)



Figura 2.14. a) Esquema de sembrado de semillas cristalinas para un bicristal; y b) su respectiva fotografía. El monocristal inicial es cortado con calor de forma asimétrica y ambos cristales resultantes son rotados para tener la desorientación deseada.



Figura 2.15. Muestra de hielo bicristalina observada entre polaroides cruzados. Notar cómo el grano de la izquierda "envuelve" al de la derecha; esto se logra mediante un menor flujo de calor sobre la semilla de ese costado. Dado que la desorientación es la misma en todo el volumen del bicristal, a todo lo largo del borde de grano se obtienen múltiples zonas de diferentes inclinaciones.

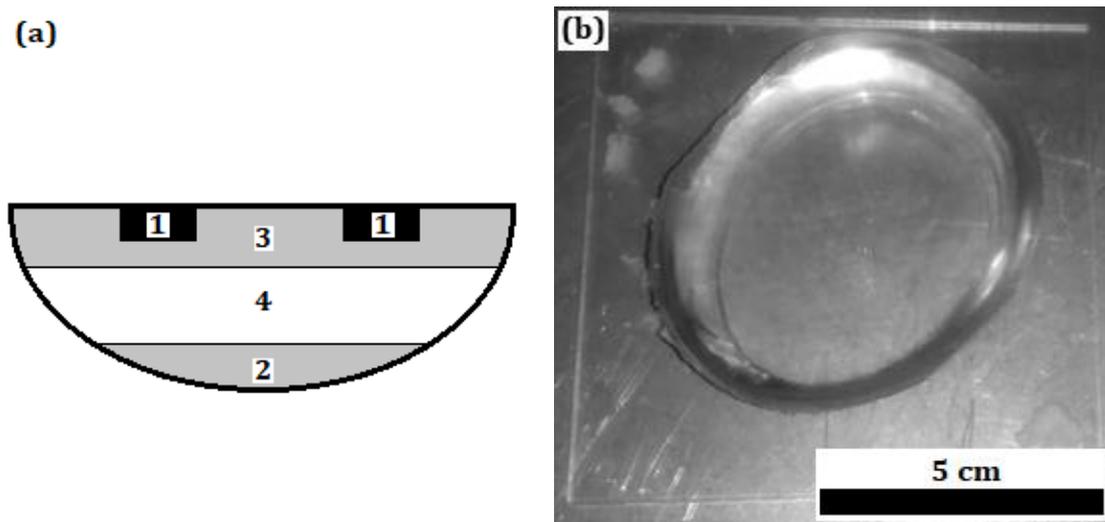


Figura 2.16. a) Diagrama de la muestra, en las zonas denotadas con el número 1 las muescas dejadas por los bornes de la cristalera; en 2 se muestra la primera zona a desbastar para formar la base; en 3 se muestra la segunda zona a desbastar y se pule sobre esa cara lo que queda de la muestra en 4. b) Fotografía de la muestra cristalina pulida, lista para la toma de réplicas plásticas.

La producción de bicristales con BG curvos es una idea que surgió luego de bastante avanzada la etapa inicial del trabajo experimental. Por eso, inicialmente para cada desorientación se tuvieron que crecer múltiples muestras $\langle 0001 \rangle / \varphi$ para poder conseguir bicristales con BG simétricos. Los BG curvos garantizan múltiples zonas de diferentes inclinaciones α a lo largo del borde de grano de los bicristales.

El almacenamiento de las muestras bicristalinas se realiza en bolsas individuales de nylon.

2.1.4 Réplicas en anillos

La medición de la energía relativa superficial de borde de grano se realizó a partir de la reconstrucción tridimensional de la superficie de hielo de micrografías confocales láser. Para evitar las deformaciones mecánicas al extraer la réplica plástica de hielo se recurrió al método aplicado por Druetta [71]. Dicho método consiste en aplicar el formvar® dentro de un anillo acrílico sobre la superficie pulida, de manera que el anillo sirve como apoyo en todo el perímetro de la réplica.

Las instalaciones cuentan con una cámara frigorífica doble (Figura 2.17a) para una mayor estabilidad térmica. El ingreso se realiza a través de la precámara y es donde se encuentra el micrótopo para el pulido. A la cámara secundaria se ingresa a través de una puerta desde la precámara, en la cámara secundaria se encuentra un recipiente al que llamaremos *hornillo*. El hornillo (Figura 2.17b-c) sirve para brindar una gran estabilidad térmica a las muestras que se albergan en su interior. La construcción de este dispositivo (el hornillo) se puede dividir en distintas capas, cada capa en contacto solidario con la otra. La primera capa consiste en unas paredes gruesas (3 cm) de Telgopor de alta densidad en su exterior. La segunda capa es una resistencia eléctrica en contacto solidario a un cilindro metálico. La tercera capa consiste en una capa

gruesa de algodón. Finalmente, la capa interna consiste en un cilindro plástico dentro del cual se introducen los recipientes de las muestras. Todo este conjunto (precámara, cámara secundaria, hornillo) otorgan una muy baja histéresis térmica ($\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$) dentro del hornillo. En el interior del hornillo se encuentra un sensor conectado a un termostato que aplica un voltaje a la resistencia eléctrica cada vez que la temperatura baja de un determinado umbral.

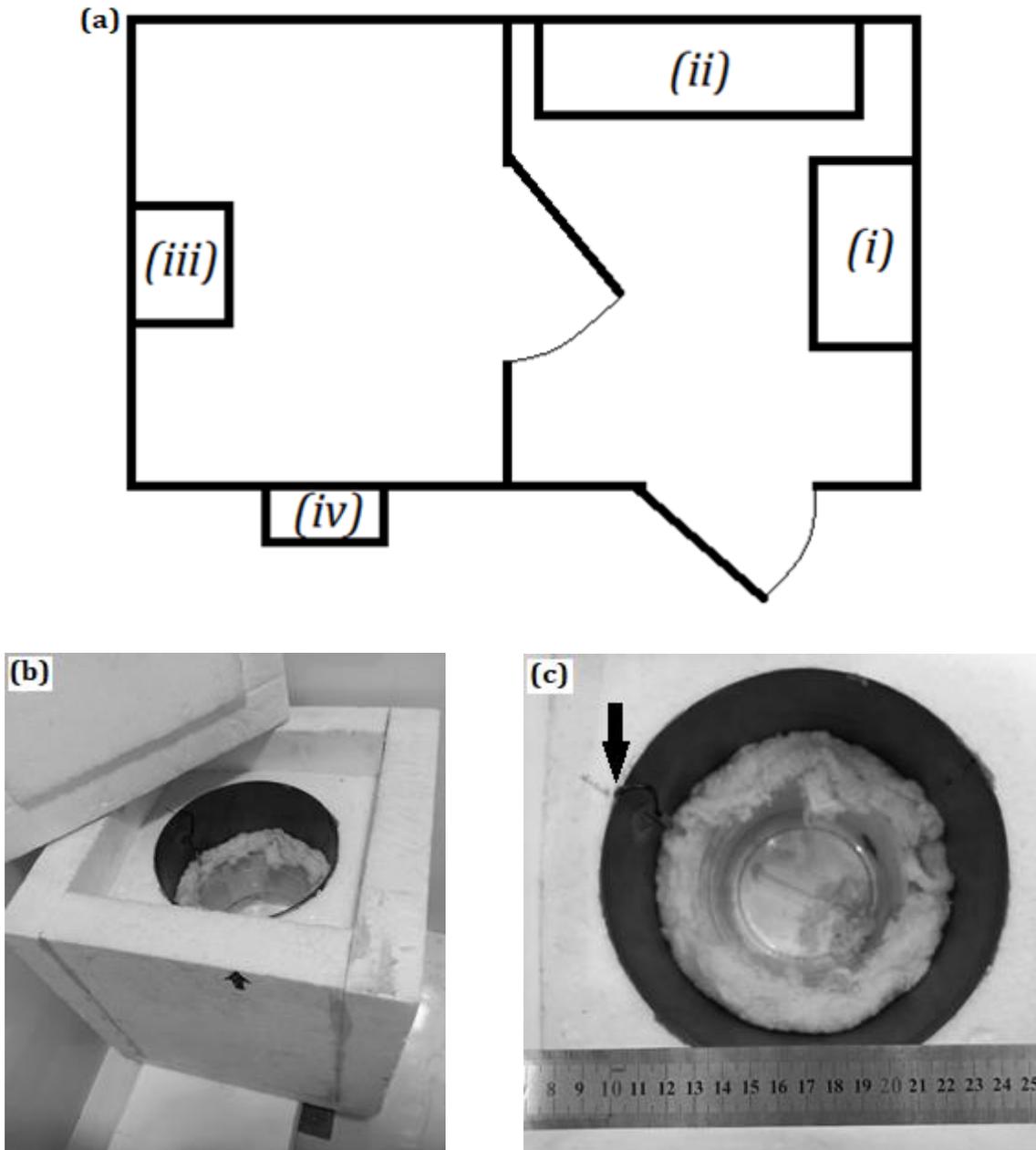


Figura 2.17. a) Diagrama de la cámara frigorífica doble. En el acceso o precámara se encuentran (i) la mesa con el micrótopo y (ii) la mesa de trabajo. En la cámara interna se encuentra (iii) el hornillo. Fuera de la cámara se encuentran (iv) el termostato y fuente de voltaje. b) Hornillo para el recocido de muestras. c) Detalle de interior del hornillo, la pared de bronce garantiza una distribución pareja de temperatura con la pared interior de Telgopor. La flecha señala el termistor adosado a la pared de bronce.

Para mantener una temperatura de $(-5,0 \pm 0,1)\text{ }^{\circ}\text{C}$ en el interior del hornillo, se establece una temperatura de $(-10 \pm 1)\text{ }^{\circ}\text{C}$ en la precámara; y

$(-7 \pm 1)^\circ\text{C}$ en la cámara secundaria. Para mantener una temperatura de $(-18,1 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ en el interior del hornillo, se establece una temperatura de $(-21 \pm 1)^\circ\text{C}$ en la precámara; y $(-20 \pm 1)^\circ\text{C}$ en la cámara secundaria.

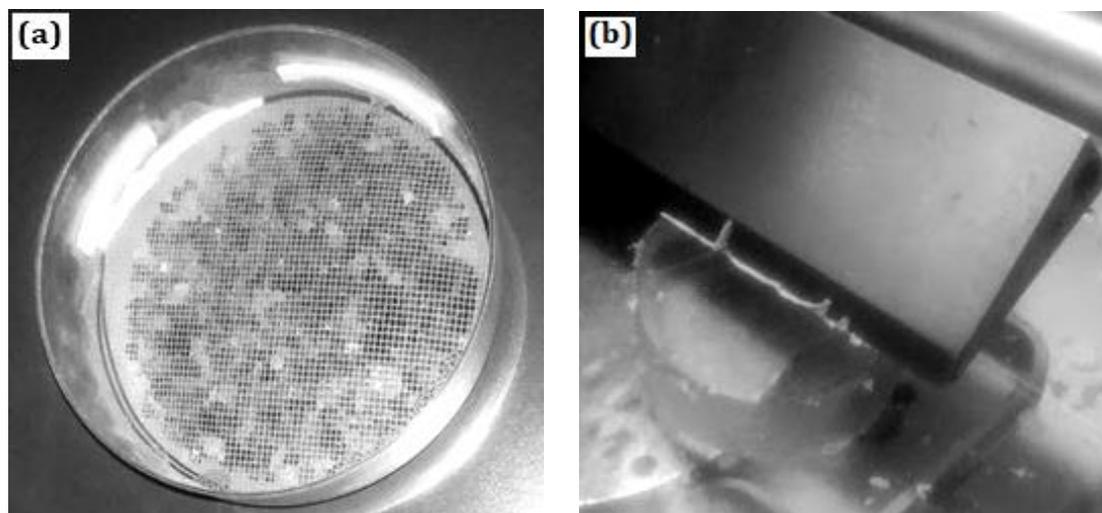


Figura 2.18. a) Tapa del recipiente para recocido de muestras, el sílica gel activado se mantiene en la tapa mediante una red fina. b) Pulido a presión: al momento de desbastar la muestra el hielo extraído tiene textura de “frapé”; al momento del pulido (con el micrótopo seteado a $0\ \mu\text{m}$) llega un momento en el que la capa extraída forma “rulos” finos como se muestra en la fotografía.

Al momento de toma de muestras se preparan los recipientes con sílica gel activado para las muestras (Figura 2.18a), que se tamizan y se introducen en el hornillo. Los bicristales que se encuentran almacenados inicialmente a -30°C dentro de bolsas individuales de nylon, se colocan sobre los recipientes dentro del hornillo y se deja termalizar todo por espacio de una hora. El espacio dentro del hornillo permite el almacenado de dos cristales como máximo. En el momento del pulido se extrae un cristal del hornillo y se pule en el micrótopo dentro de la precámara.

El proceso de pulido se realiza con cavado decreciente de la cuchilla: cinco barridas con cavado de $30\ \mu\text{m}$, cinco barridas con cavado de $15\ \mu\text{m}$ y cinco barridas con cavado de $5\ \mu\text{m}$. El pulido se completa con barridas de $0\ \mu\text{m}$ de cavado, estas últimas barridas se realizan de manera sucesiva hasta que el desbastado se produce por presión (Figura 2.18b). El pulido inicial por desbaste se distingue por tener una textura tipo “frapé” en la capa de hielo extraída, mientras que el pulido por presión se distingue por la formación de “rulos” de la capa extraída. Rápidamente se introduce la muestra pulida dentro del recipiente con sílica gel, se cierra y se introduce en el hornillo. El tiempo transcurrido desde que se extrae la muestra, se pule y se guarda en el hornillo es de 1 a 2 minutos por muestra. Adicionalmente al corto tiempo de trabajo, en el momento de pulido el forzador³ de la precámara se encuentra apagado; todo esto garantiza un mínimo cambio térmico en la muestra bicristalina.

³ **Forzador:** El forzador de aire consiste en un ventilador que fuerza la circulación de aire a través del elemento refrigerante. Este aparato además es el encargado de mantener la temperatura homogénea en el interior de la cámara frigorífica por medio de convección forzada.

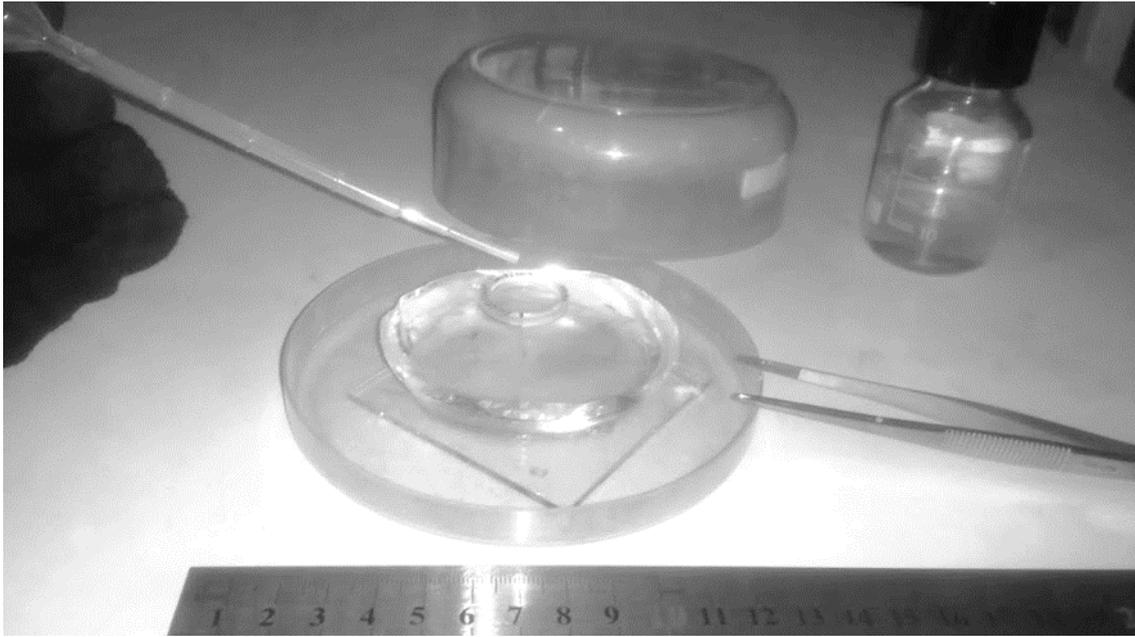


Figura 2.19. Preparación de réplicas plásticas en anillos acrílicos.

Luego del pulido y guardado de muestras, se introducen en el hornillo también una pinza de relojero, los anillos de acrílico, un recipiente con formvar® al 4% en 1-2 dicloroetano y una pipeta plástica. Se permite evolucionar el sistema por un espacio de 180 minutos. Transcurrido este tiempo se apaga el forzador, se extraen los elementos del hornillo y se cierra el mismo. A continuación, se introduce la pipeta en la solución de formvar® y luego se colocan los anillos de acrílico en la superficie de la muestra (Figura 2.19). Se vierten 0,5 ml de solución de formvar® dentro de cada anillo y con la pipeta se esparce circularmente, mojando toda la pared del anillo sin mover el mismo. Finalmente se vuelve a guardar la muestra con el sílica gel y se introduce en el hornillo hasta el otro día. El proceso desde que se extraen los elementos del hornillo, vertido de formvar® y almacenamiento toma de 1 a 2 minutos por muestra.

Una vez que el solvente se evaporó completamente, la película plástica (y el interior del anillo) se adhieren firmemente a la superficie del hielo. El método implementado por Druetta [71] para la extracción de los anillos, consiste en la aplicación de un explorador dental en puntos sucesivos alrededor del perímetro de la interface exterior hielo-anillo (Figura 2.20a). Este método conlleva dos inconvenientes, por un lado la película de formvar® puede seguir adherida al hielo y desprenderse del anillo (Figura 2.20b-c). Por otro lado, el explorador dental puede lastimar bastante la superficie del hielo debido al cavado. Esto último puede producir un desgaste acelerado del bicristal si se tienen que realizar tomas sucesivas de muestras. Al aplicar calor por contacto arriba del anillo, la adherencia de la réplica en la superficie se reduce significativamente y el anillo puede despegarse incluso sin introducir el explorador entre el anillo y el hielo.

Las réplicas en anillos presentan la ventaja de poder observar un instante de tiempo de la evolución del borde de grano a temperatura ambiente. También presentan la desventaja que no permiten observar la evolución temporal del borde de grano.

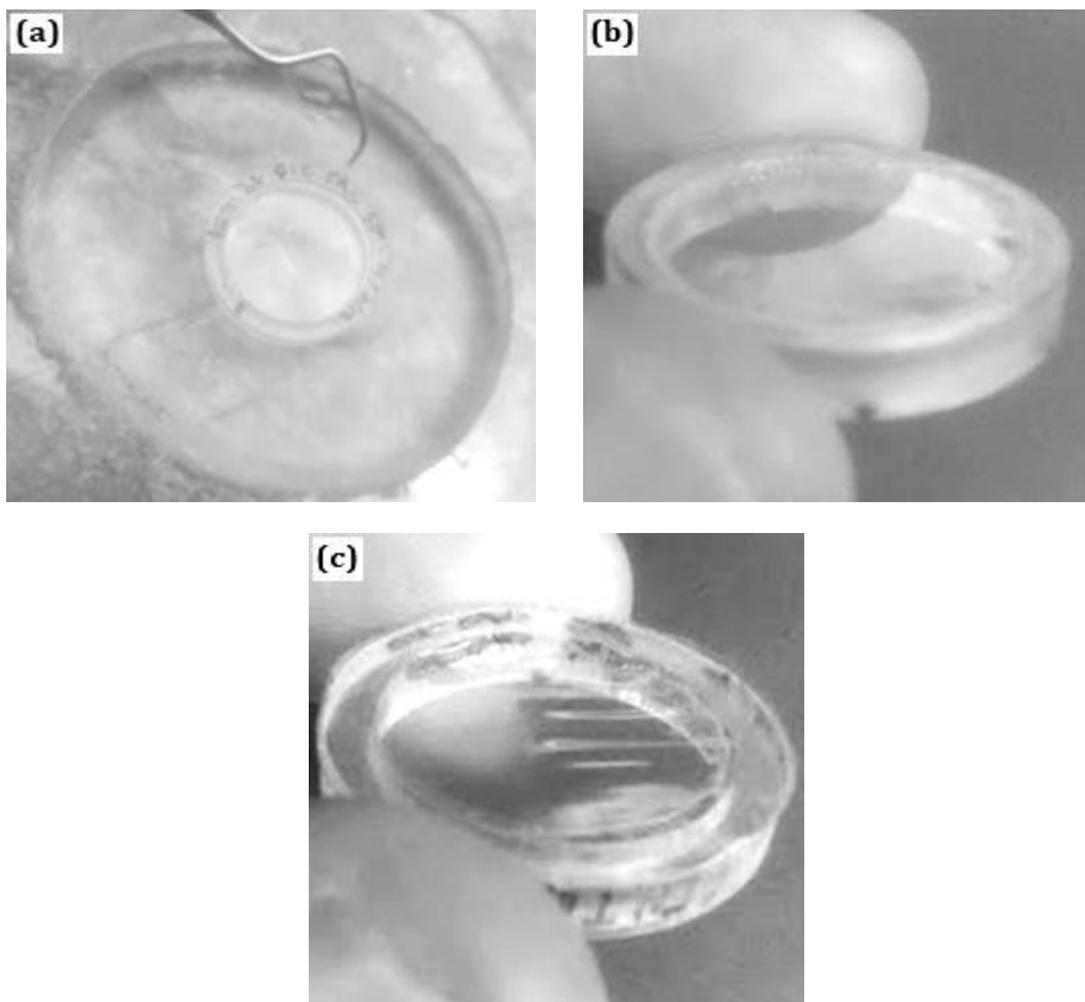


Figura 2.20. a) El desprendimiento del anillo acrílico se realiza con un explorador dental aplicado en puntos sucesivos a los costados. b) Réplica plástica en anillo acrílico extraída de la superficie de hielo. c) Réplica en anillo dañada en la extracción, notar el desprendimiento de la película plástica en el costado inferior derecho y las ondulaciones de la misma.

El método de réplicas en anillos fue abordado también con otros materiales para su comparación [72]. Se realizaron réplicas en anillo con formar® disuelto en cloroformo en sustitución al 1-2 dicloroetano, y también con una lámina metálica delgada (Figura 2.21a). Respecto al cloroformo como solvente, el método es idéntico a lo explicado con el 1-2 dicloroetano. Respecto a la reproducción de la superficie mediante una lámina delgada, el método es similar y se explica en el párrafo siguiente.

Las láminas metálicas conocidas comercialmente como *dorado a la hoja* presentan una gran maleabilidad. Son láminas de un espesor del orden de $\sim 10 \mu\text{m}$ y que, con muy poca presión, se amoldan con gran adherencia a las superficies. Luego de las 3 hs de recocido de la muestra se coloca la lámina sobre la superficie y se aplica presión con un pincel muy suavemente. A continuación, se coloca el anillo con una capa de barniz sobre la lámina. La idea de barnizar el anillo sobre la zona en contacto con el metal es para permitir su adherencia. Finalmente, se aplican 0,5 ml de solución de formar® al 4% para conferir resistencia y se deja reposar hasta el día siguiente. Si no se aplica la capa plástica, la lámina metálica permanecerá adherida a la superficie al intentar despegar el anillo. El método mediante lámina metálica resulta muy poco

conveniente. Primero la manipulación de la hoja es complicada debido a su gran fragilidad. En segundo lugar, resulta extremadamente complicado reproducir la superficie sin dañar la hoja a nivel microscópico. El daño producido conlleva a filtraciones de solvente en la interfaz (Figura 2.21b). Por lo que hay que tener cuidado de elegir zonas con metal puro y sin recubrimiento plástico. Finalmente, el mayor inconveniente es el gran ataque químico de la superficie del hielo (Figura 2.22) en las zonas de filtraciones.

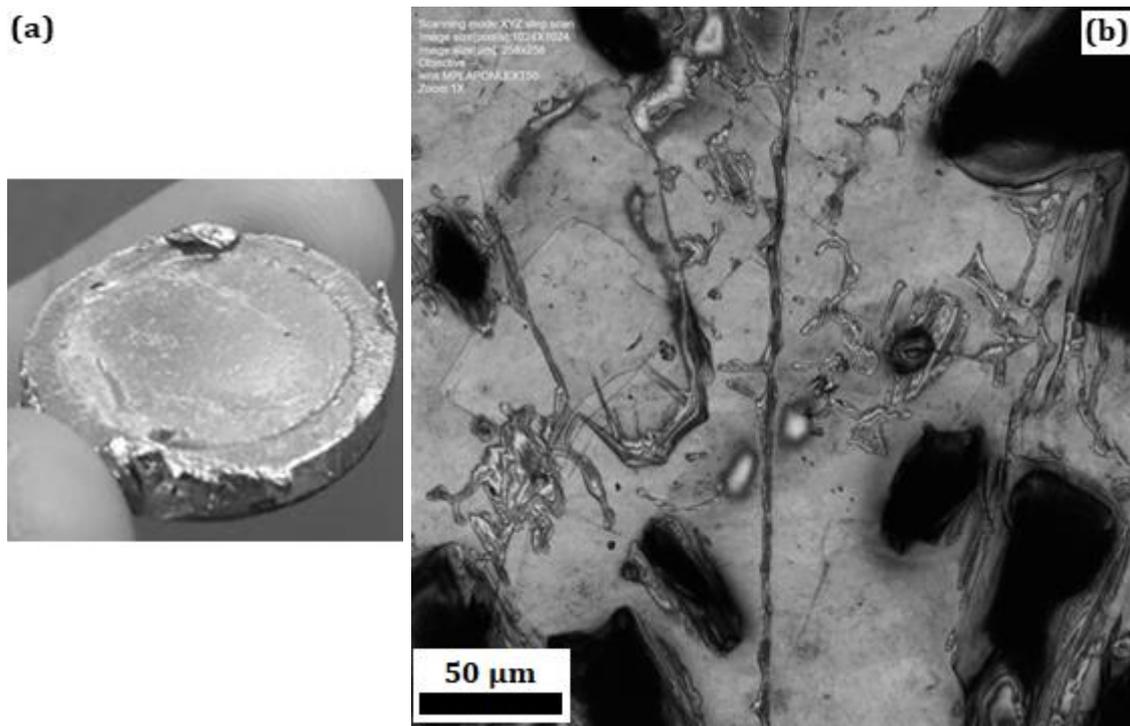


Figura 2.21. a) Réplica metálica en anillo. b) Micrografía confocal de la superficie metálica de la réplica en anillo, se observan figuras de ataque debido a filtraciones de solvente; el borde de grano puede apreciarse en la zona central de la imagen.

Cuando se comparan las mismas zonas de las réplicas entre las hechas con cloroformo, 1-2 dicloroetano y lámina metálica (Figura 2.22a); se observó que la geometría puede variar (Figura 2.22b). Pero los valores de la energía relativa superficial son indistinguibles para los 3 tipos distintos de réplicas hechas en anillo.

En la Figura 2.22b se puede notar una zona de ruptura y filtración para $x < -35 \mu\text{m}$. Debido a la fragilidad del film metálico resulta muy difícil encontrar zonas sin rupturas y filtraciones, haciendo inviable el uso de la técnica.

Si bien los perfiles son diferentes debido al ataque químico y tiempo de secado de cada sustancia, el hecho de que el ángulo sobre el borde de grano se mantenga aún para el film metálico sugiere que el método es apto para la estimación de la energía superficial. La réplica metálica no sirve para medir el ángulo del borde de grano, pero brinda una estimación de la profundidad real del surco. Podemos ver que el ataque químico es importante y produce un surco más grande que el real. Se observa que la forma adoptada por el surco está fuertemente influenciada por el solvente utilizado en las réplicas plásticas, aunque no afecta el ángulo del borde de grano. Por esto concluimos que este

método (de la réplica plástica) es bueno para realizar la determinación del ángulo y por lo tanto la estimación de la energía superficial. Mas aún, la medición que se realizó mediante el film metálico aporta más evidencia en este sentido, al ser indistinguible en la proximidad del surco al compararse con las réplicas plásticas [72].

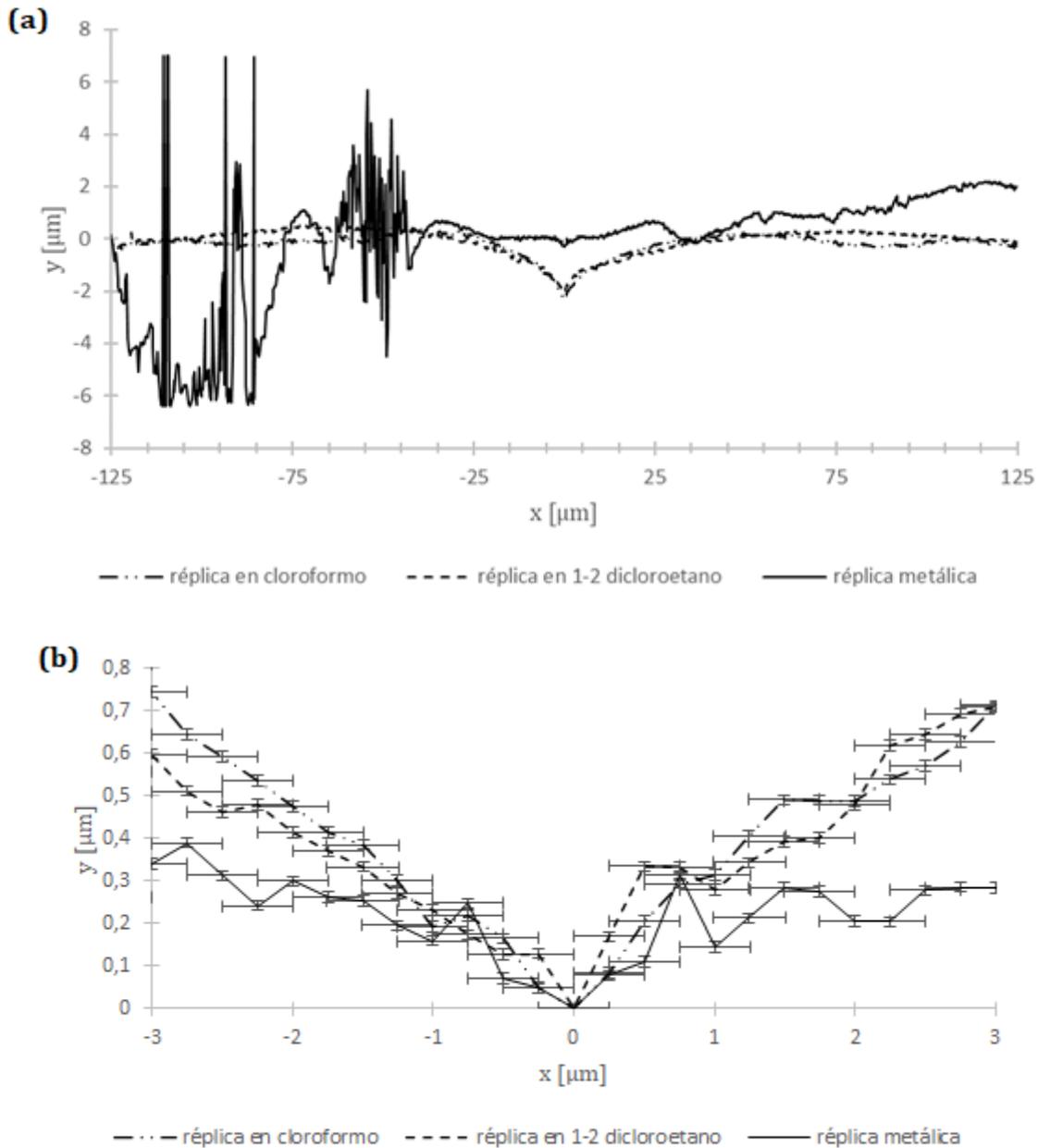


Figura 2.22. a) Superposición de perfiles obtenidos de la superficie de hielo luego de tres horas de evolución del BG, para la réplica en cloroformo el ángulo en el vértice es de $156,3^\circ \pm 0,7^\circ$, para el 1-2 dicloroetano el ángulo en el vértice es de $161^\circ \pm 1^\circ$ y para el film metálico, el ángulo en el vértice es de $162^\circ \pm 5^\circ$. Notar que la exageración del eje y es de $\sim 41 \times$ respecto del eje x . b) Detalle de la zona del surco del BG. Los errores de medición son $\sigma_x = \pm 0,25 \mu\text{m}$ y $\sigma_y = \pm 0,012 \mu\text{m}$ [73].

2.1.5 Determinación de la inclinación α del borde de grano sobre la superficie de bicristales $\langle 0001 \rangle / \varphi$

Para determinar la orientación individual de cada grano se utilizan los pits de ataque químico (ver sección “Réplicas plásticas”). Mediante el software *ImageJ* v. 1.53e se determinan las orientaciones de los ejes cristalinos $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ de cada grano (Figura 2.23). La orientación de los ejes cristalinos queda determinada por el promedio de múltiples mediciones, y el error viene determinado por la desviación estándar. Esto es, se toman suficientes micrografías a lo largo de la superficie para medir por lo menos unas 30 veces la pendiente de cada eje.

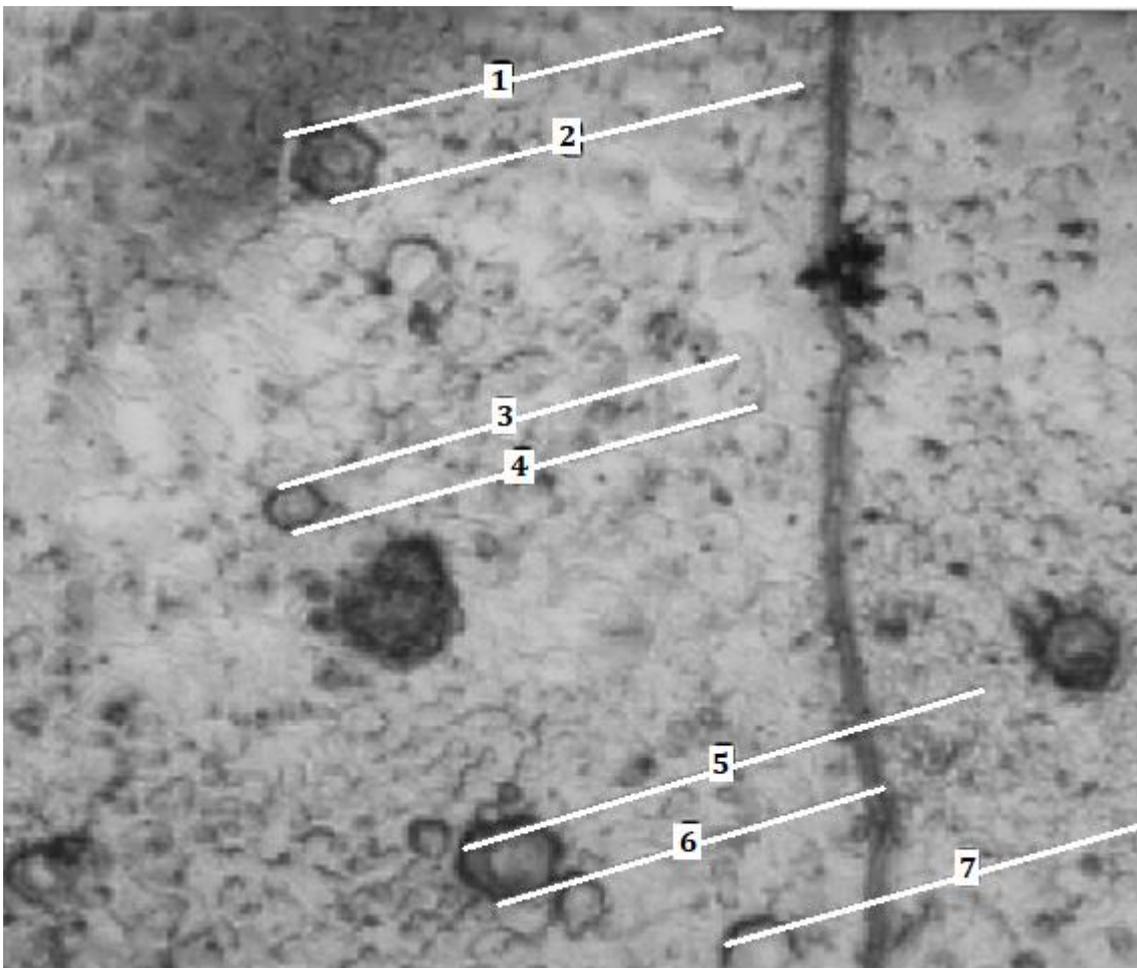


Figura 2.23. Réplica plástica de la superficie de un bicristal $\langle 0001 \rangle / \varphi$ con un BG tipo Tilt, con detalle de figuras de ataque térmico. La determinación de la dirección de un eje prismático principal $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ de uno de los granos del bicristal mediante el software *ImageJ* v. 1.53e.

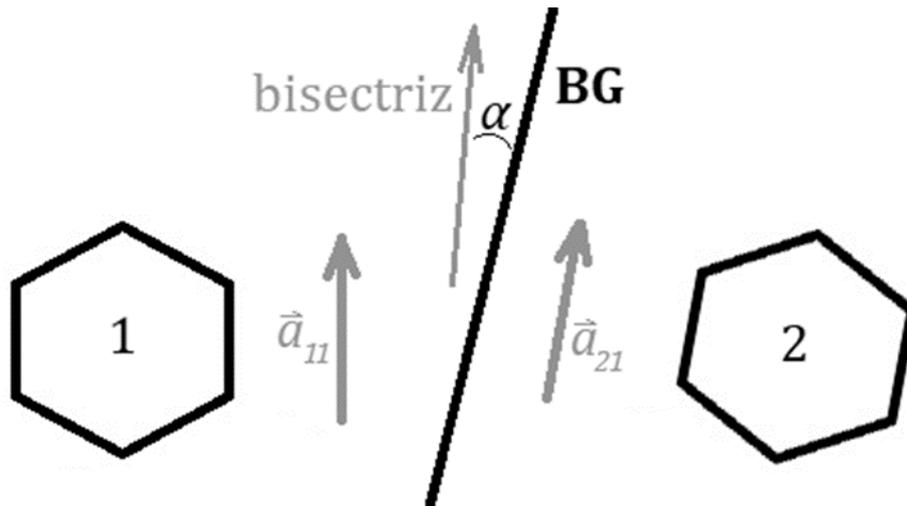


Figura 2.24. Esquema de bicristal sobre el plano $\langle 0001 \rangle$, la inclinación del borde de grano queda determinada por el ángulo α formado entre la bisectriz de los ejes cristalininos y el borde de grano BG.

Sobre el plano basal se consideran equivalentes todos los ejes \vec{a}_{ij} de la familia $[11\bar{2}0]$ de cada grano i , que fueron cada uno obtenidos mediante el promedio de las figuras de ataque térmico de las réplicas plásticas. La dirección donde se ubica el plano de simetría del bicristal es la bisectriz determinada por el menor ángulo formado entre los ejes \vec{a}_{1j} y \vec{a}_{2j} (Figura 2.24). Las inclinaciones que toma el BG a lo largo de la muestra se denomina α y se determina como el ángulo entre la bisectriz (o plano de simetría) y el BG. Por definición un BG es simétrico para $\alpha = 0$ y asimétrico para $\alpha \neq 0$. También se puede demostrar geoméricamente que la desorientación φ máxima es de 30° para los bicristales $\langle 0001 \rangle / \varphi$.

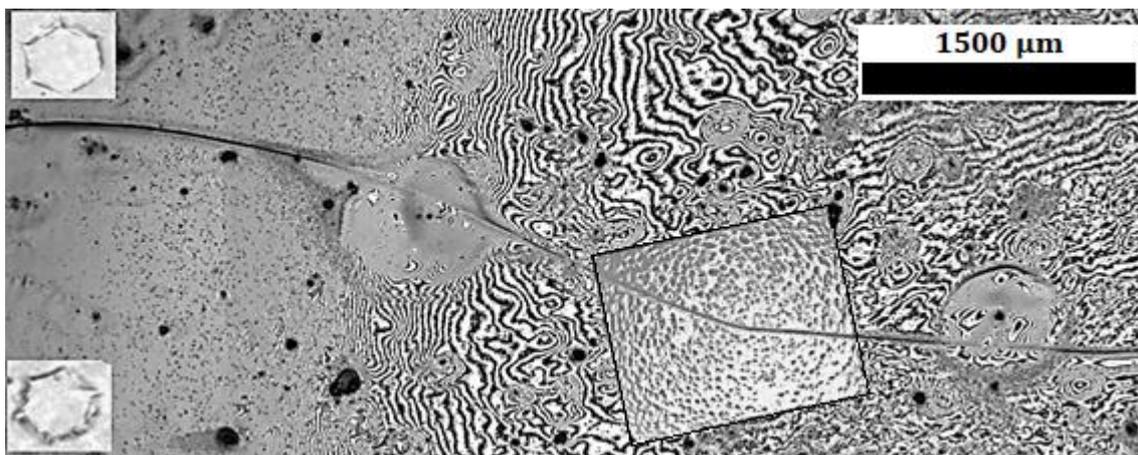


Figura 2.25. Transportación de ángulos. Las micrografías de las réplicas plásticas (ver sección "Réplicas plásticas") se superponen sobre las réplicas en anillos (ver sección "Réplicas en anillos"). En el margen izquierdo se muestra detalle de los pits de cada grano.

Las réplicas observadas en el microscopio confocal son las llamadas réplicas en anillos (ver sección "Réplicas en anillos"). Estas réplicas, para el caso de los cristales basales presentan insuficientes pits como para poder determinar la orientación cristalina. Es por esto que para determinar la orientación sobre las

micrografías confocales, se superponen las imágenes (Figura 2.25) con las réplicas plásticas comunes (con pits de ataque térmico).

2.1.6 Determinación de la inclinación α del borde de grano sobre la superficie de bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$

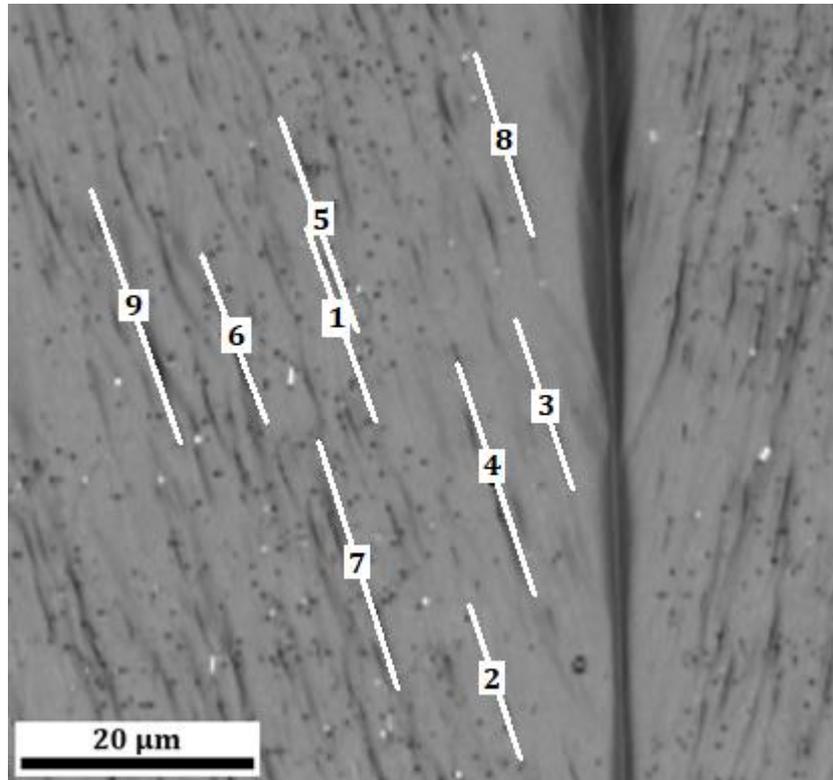


Figura 2.26. Zoom sobre una micrografía confocal con ataque químico en el plano basal de un bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$ con un BG tipo Tilt, con la determinación de la dirección del eje basal $\langle 0001 \rangle$ de uno de los granos del bicristal mediante el software ImageJ v. 1.53e.

Para el caso de los bicristales prismáticos $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$, la medición de la desorientación es mucho más directa. En la Figura 2.26 se puede apreciar que las figuras de ataque debidas al plano basal presentan un número significativo para determinar la dirección de los ejes. De esta manera se puede determinar α directamente sobre las micrografías confocales, sin necesidad de transponerlas con micrografías ópticas.

Mediante el software ImageJ v. 1.53e se determinan las orientaciones de los ejes cristalinos $\langle 0001 \rangle$ de cada grano i . La orientación del eje \vec{c}_i para cada grano individual queda determinada por el promedio de múltiples mediciones, y el error viene determinado por la desviación estándar. Esto es, se toman suficientes micrografías a lo largo de la superficie para medir por lo menos unas 30 veces.

La dirección donde se ubica el plano de simetría del bicristal es la bisectriz determinada por el menor ángulo formado entre los ejes \vec{c}_i de cada grano (Figura 2.27), que se obtuvieron mediante las figuras de ataque. Las inclinaciones que toma el BG a lo largo de la muestra se denominan α y se determina como el ángulo entre la bisectriz (o plano de simetría) y el BG. Podemos decir que un BG

simétrico tiene $\alpha = 0$. También se puede demostrar geoméricamente que la desorientación φ máxima es de 90° para los bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$.

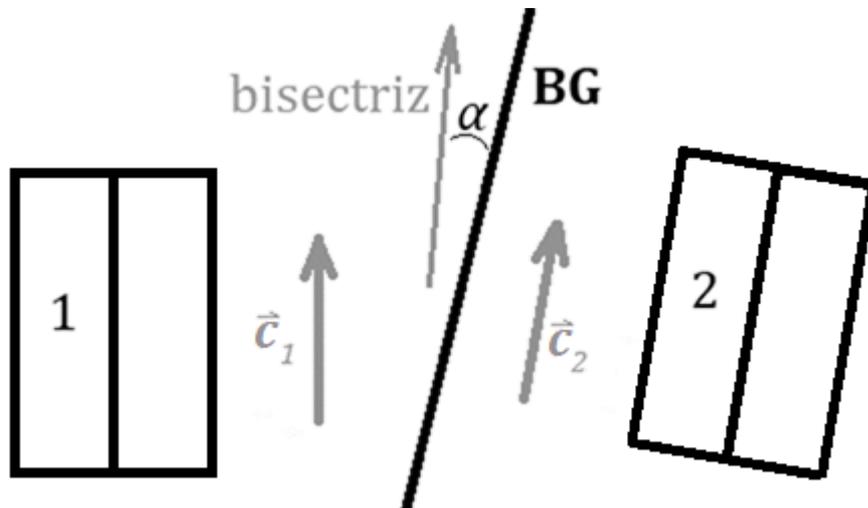


Figura 2.27. Esquema de bicristal sobre el plano $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, la inclinación del borde de grano queda determinada por el ángulo α formado entre la bisectriz de los ejes cristalinicos y el borde de grano BG.

2.2 Estudio de los mecanismos de formación del surco del borde de grano: observación directa de muestras de hielo con microscopio óptico

2.2.1 Montaje experimental

Se dispone de una celda fría construida en las instalaciones de la facultad, cuyos detalles pueden observarse en la Figura 2.28b-d. Este recipiente de paredes huecas permite la circulación de refrigerante en su interior. Para un mejor intercambio calórico, la pared interna consiste en un tubo de cobre. La tapa es desmontable y tanto ésta como la base, son huecas para mejor aislamiento térmico. Ambas (tapa y base) están fabricadas en acrílico transparente. El refrigerante (etilenglicol) se hace circular mediante un circulador modelo *Lauda Hetofrig DT-1*. La temperatura en el interior de la celda se censa de manera continua mediante dos termistores conectados a un datalogger modelo *Xplorer GLX • PS-2002*.

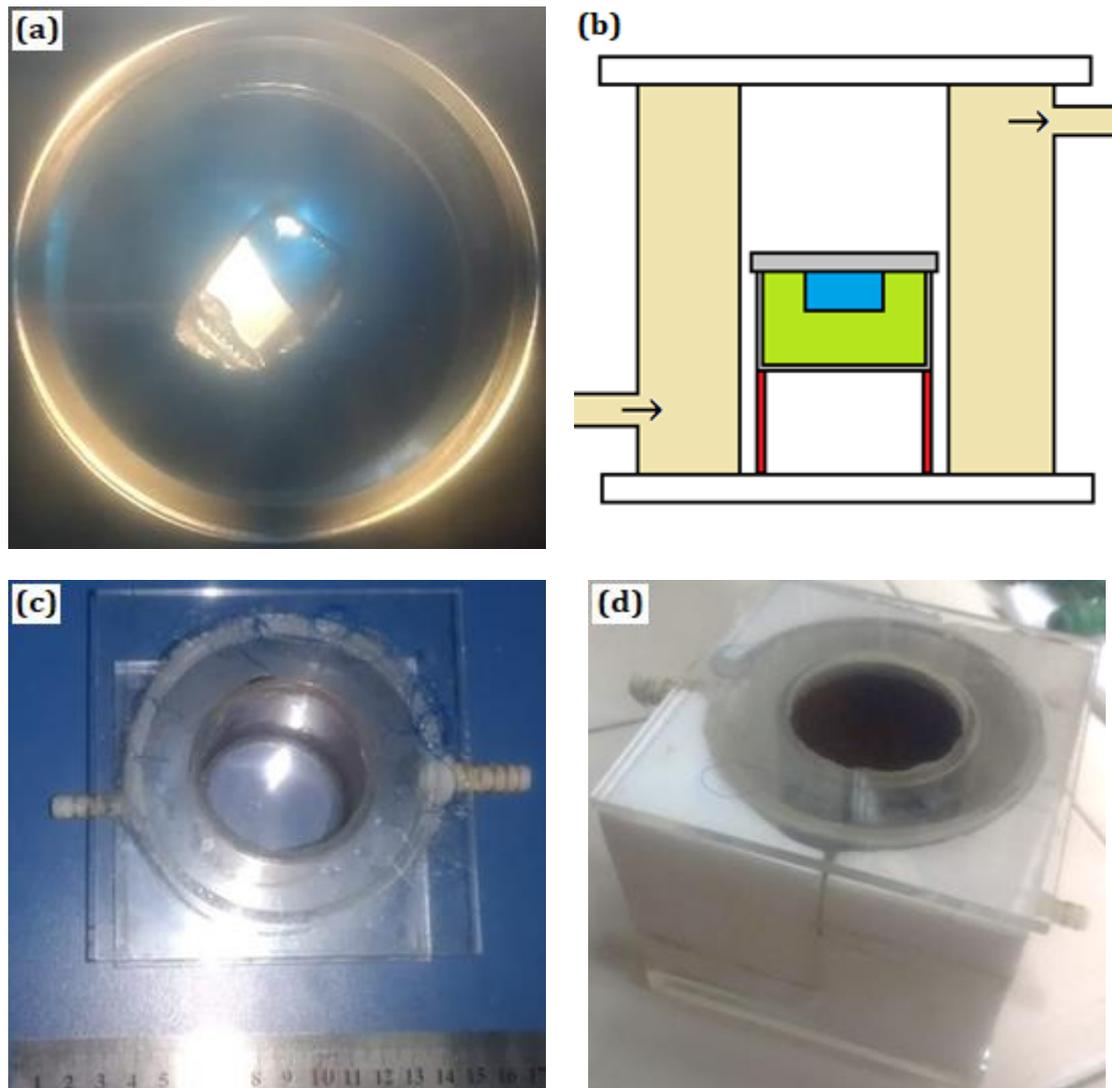


Figura 2.28. a) Muestra bicristalina de hielo entre polaroides cruzados. b) Diagrama de la celda fría empleada, en marrón el líquido refrigerante y las flechas indican el sentido de circulación; la muestra (en azul) flota en la silicona (en verde) y el recipiente (en gris) se apoya sobre un soporte delgado (en rojo); la tapa y la base huecas están hechas de acrílico transparente. c) Vista superior de la celda, la muestra se coloca dentro del cilindro de cobre. d) Vista de la celda sin su tapa y con aislante recubriendo sus paredes.

Dentro de la cámara frigorífica a -10°C , la muestra se corta con calor mediante el cortador mostrado en la Figura 2.8. La sección de la muestra a estudiar se desprende del portaobjetos aplicando calor debajo del vidrio. Nuevamente con calor se adosa la sección a un nuevo portaobjetos de vidrio para su manipulación. El cristal se pule, se desprende con calor y se introduce en su recipiente (Figura 2.28a). El desprendimiento del hielo con calor sobre el vidrio es importante para que el cristal no presente imperfecciones en su base.

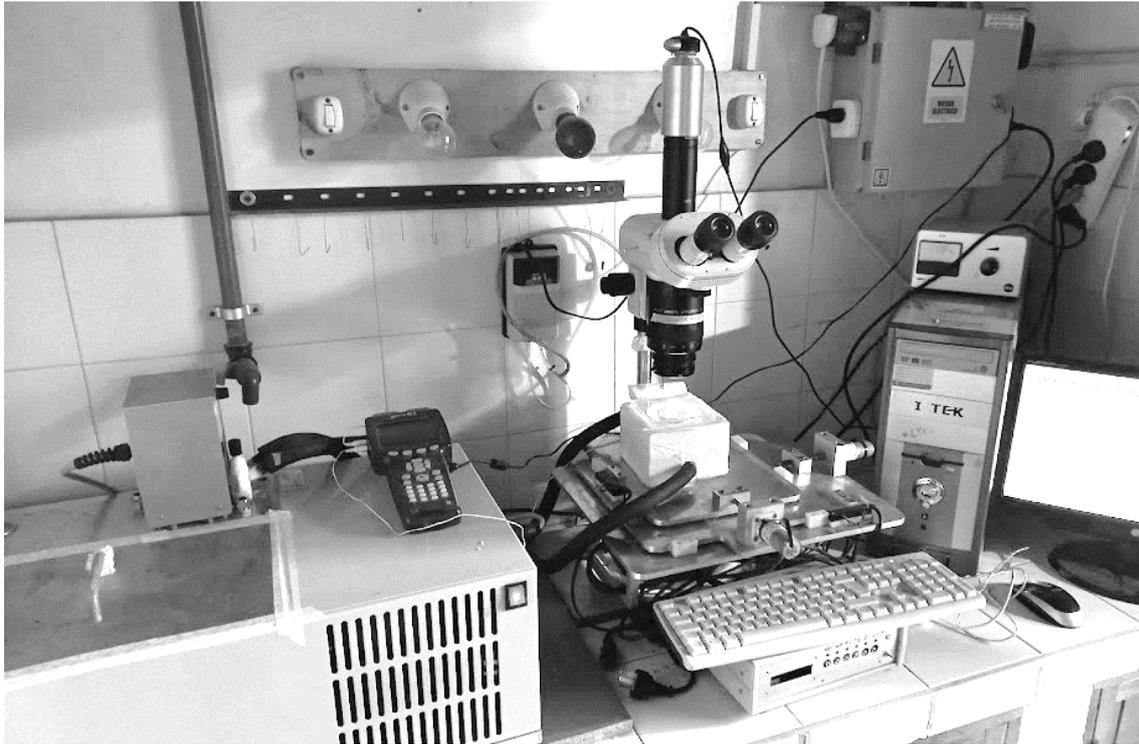


Figura 2.29. Arreglo experimental, de izquierda a derecha: circulador de baño térmico de la marca Lauda; sobre el circulador el datalogger; microscopio óptico con su platina desplazante; el ocular del microscopio se conecta a una cámara digital para la toma de las micrografías; sobre la platina puede observarse la celda fría; finalmente, sobre la computadora el control de iluminación del microscopio.

Con la muestra dentro de su recipiente, se rebalsa el mismo con aceite de silicona y se cierra herméticamente. El exterior del recipiente se limpia rigurosamente con benceno y se introduce en un contenedor de Telgopor para su transporte al lugar de estudio. Rápidamente se introduce la muestra dentro de la celda fría, se incorporan los termistores para el censado de temperatura y se tapa. La celda se encuentra montada sobre una platina desplazante controlada con tornillos micrométricos motorizados. Para evitar el empañamiento de la tapa de la celda, se insufla aire sobre ésta con un respirador de pecera. El arreglo experimental se puede observar en la Figura 2.29. Finalmente, el conjunto fue introducido en la celda refrigerante donde se le permitió evolucionar a $(-5 \pm 1) ^\circ\text{C}$. El tiempo total desde el pulido sobre la superficie, hasta la termalización de la muestra dentro de la celda fría fue de aproximadamente 45 minutos (t_0).

Se observaron la evolución de la forma y ancho del BG durante un total de 100 horas y se tomaron micrografías de la superficie cada 17 minutos.

2.2.2 Análisis de las micrografías

En la Figura 2.30a se muestra el surco del BG. Mediante el programa ImageJ® se trazó el perfil de tonos de grises de la foto en el área recuadrada. El resultado se presenta en la Figura 2.30b y es el promedio de intensidad de luz a lo largo de $20 \mu\text{m}$ en la vertical. El semiancho del surco sobre cada grano se

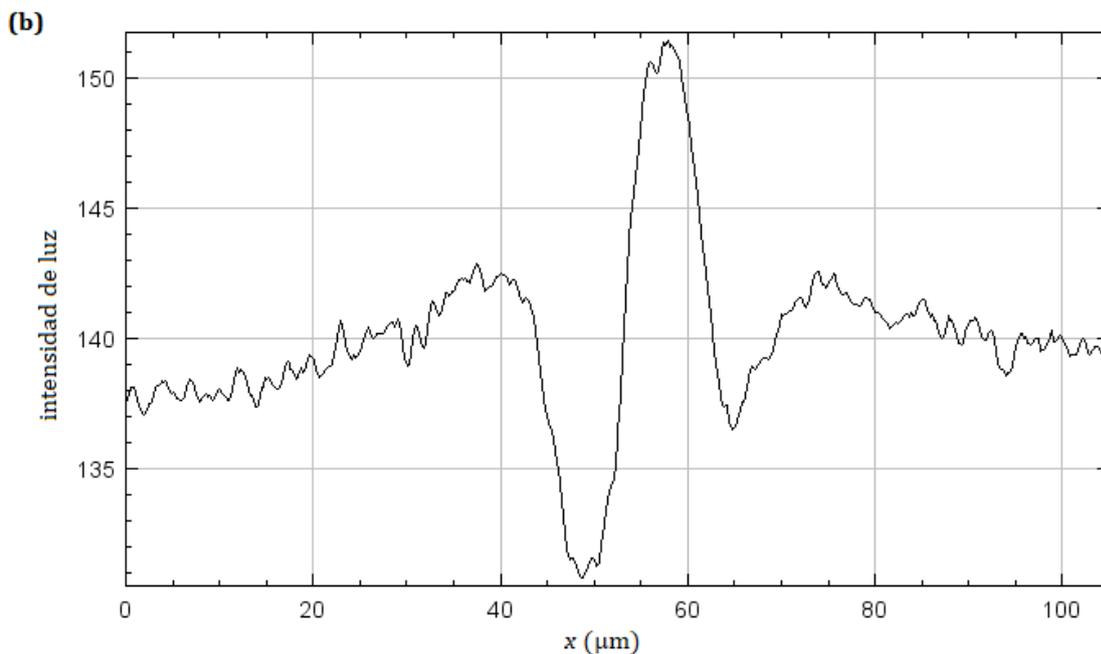
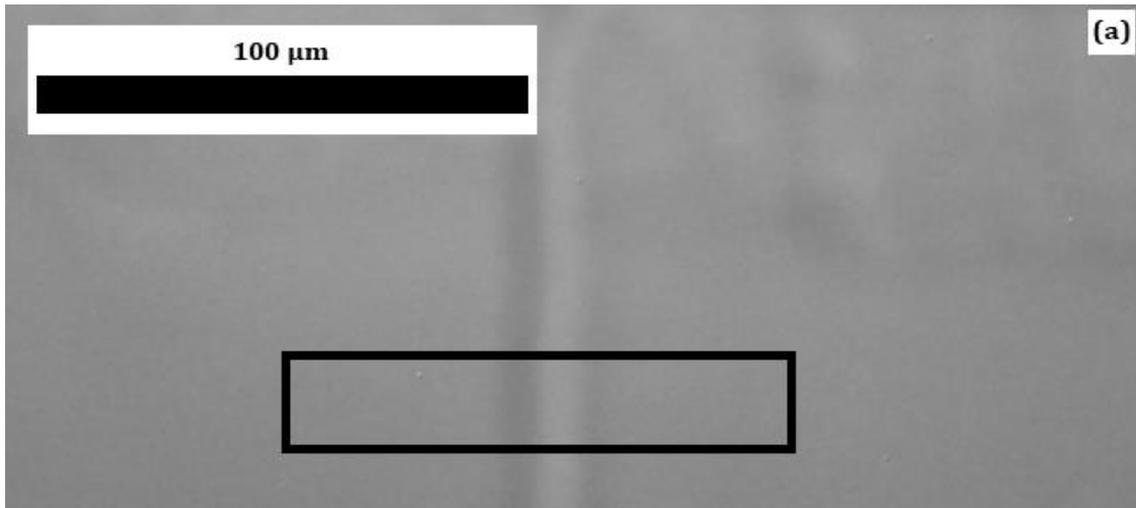


Figura 2.30. a) Micrografía de BG tomada sobre la superficie de un bicristal de hielo, en el recuadro se indica la zona del BG a estudiar. b) Perfil de tonos de gris (intensidad de luz) de la zona recuadrada ($x = 0$ corresponde al extremo izquierdo del recuadro) en la micrografía (a), en las ordenadas se muestra la intensidad promedio de gris y en las abscisas la posición.

identificó como la distancia entre el máximo central (en torno a $x = 57 \mu\text{m}$ para la Figura 2.30b) y los máximos adyacentes (en torno a $x = 40 \mu\text{m}$ y $x = 74 \mu\text{m}$ para la Figura 2.30b). Usando una escala en μm se pudo hacer una relación pixel – mm en el mismo programa ImageJ®. A cada foto obtenida se le hizo este análisis fotográfico. De esta manera se obtuvo la evolución temporal del ancho del surco hasta alcanzadas las 100 horas de evolución.

Cabe destacar que la Figura 2.30b no presenta más información que los cambios topológicos y no se puede extrapolar una altura. La medición del ancho del surco de BG podría realizarse ocularmente a partir de la Figura 2.30a. La ventaja que presenta nuestro método por medio de ImageJ®, es que se obtiene un mayor contraste y consistencia que la simple observación ocular de la

muestra. Como consecuencia directa de esto se tiene una reducción de error y mayor velocidad de medición.

2.3 Método para el estudio de la energía relativa del borde de grano

Para la medición de la energía relativa superficial de borde de grano en hielo, se fabricaron en el laboratorio múltiples monocristales de hielo ultrapuro (ver sección “Producción de monocristales de hielo”) con orientaciones cristalinas bien definidas en los planos $\langle 0001 \rangle$, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ y $\langle 10\bar{1}0 \rangle$. Orientaciones que se verificaron acorde al método de réplicas plásticas (ver sección “Réplicas plásticas”). A partir de estos monocristales se construyeron bicristales (ver sección “Obtención de muestras bicristalinas de hielo”) con desorientaciones φ (ver sección “Determinación de la inclinación α del borde de grano sobre la superficie de bicristales $\langle 0\ 0\ 0\ 1 \rangle$ ”) en ángulos cercanos a la Tabla 1. La superficie de los bicristales se copió mediante réplicas en anillos (ver sección “Réplicas en anillos”). Las réplicas en anillos fueron digitalizadas tridimensionalmente mediante el uso de un microscopio confocal Olympus modelo *LEXT OLS4000 3D*. A partir de la reconstrucción 3-D de la superficie se estudió la forma del borde de grano y se tabularon las diferentes energías relativas sobre la superficie, acorde a la ecuación (29). Esto último sobre todas las inclinaciones α posibles. La energía se midió en base a la desorientación cristalina φ , temperatura T de evolución e inclinación α del borde de grano. Todos los bicristales obtenidos fueron perpendiculares ($90^\circ \pm 5^\circ$) al plano superficial de pulido y medición.

2.3.1 Observación directa de la superficie de hielo por microscopía confocal láser

Para poder observar de manera directa la evolución de la superficie de hielo se construyó una celda fría. El diseño de la celda consiste en paredes y base huecas para la circulación de refrigerante. En el interior, la base contiene una plataforma para apoyar las muestras cristalinas y desde donde fluye el refrigerante que baña las paredes, además el contorno de la base provee el espacio para colocar sílica gel activado. Como refrigerante se utilizó etilenglicol, que se mantuvo circulando y termalizado mediante un circulador (modelo *Lauda Hetofrig DT-1*).

En el diagrama de la celda (Figura 2.31a) las flechas indican el sentido del flujo refrigerante, ingresando desde la izquierda (marcado con el número 1) por el tubo de ingreso, bañando la plataforma de la muestra y luego llenando todo el volumen (gris oscuro), para luego egresar por la derecha (marcado con el número 2), denotado con el número 3 se indica el anillo de desecante.

La celda posee una tapa deslizante con un orificio en el centro (Figura 2.31b) por donde atraviesa la lente del microscopio.

En el interior de la celda y el desecante rodea la plataforma donde se apoya la platina. En la Figura 2.31c pueden notarse las marcas blancas correspondientes a restos de grasa siliconada para mejor conducción térmica.

Las muestras se apoyan a la base mediante una plataforma metálica desmontable que sujeta dos termistores (Figura 2.31d). El primer termistor censa la temperatura en aire. El segundo termistor censa la temperatura en el metal. La interfaz entre la base de la celda y la plataforma metálica consiste en una película de grasa siliconada.

Inicialmente, dentro de la cámara frigorífica, se adhiere la muestra a la plataforma desmontable para su pulido. El proceso de pulido es el mismo que para las réplicas en anillos, hasta lograr desbaste de la superficie por presión. Inmediatamente se introduce la plataforma con la muestra y los termistores en un recipiente con sílica gel activado. El recipiente con la muestra es introducido a su vez en otro recipiente térmico para su transporte.

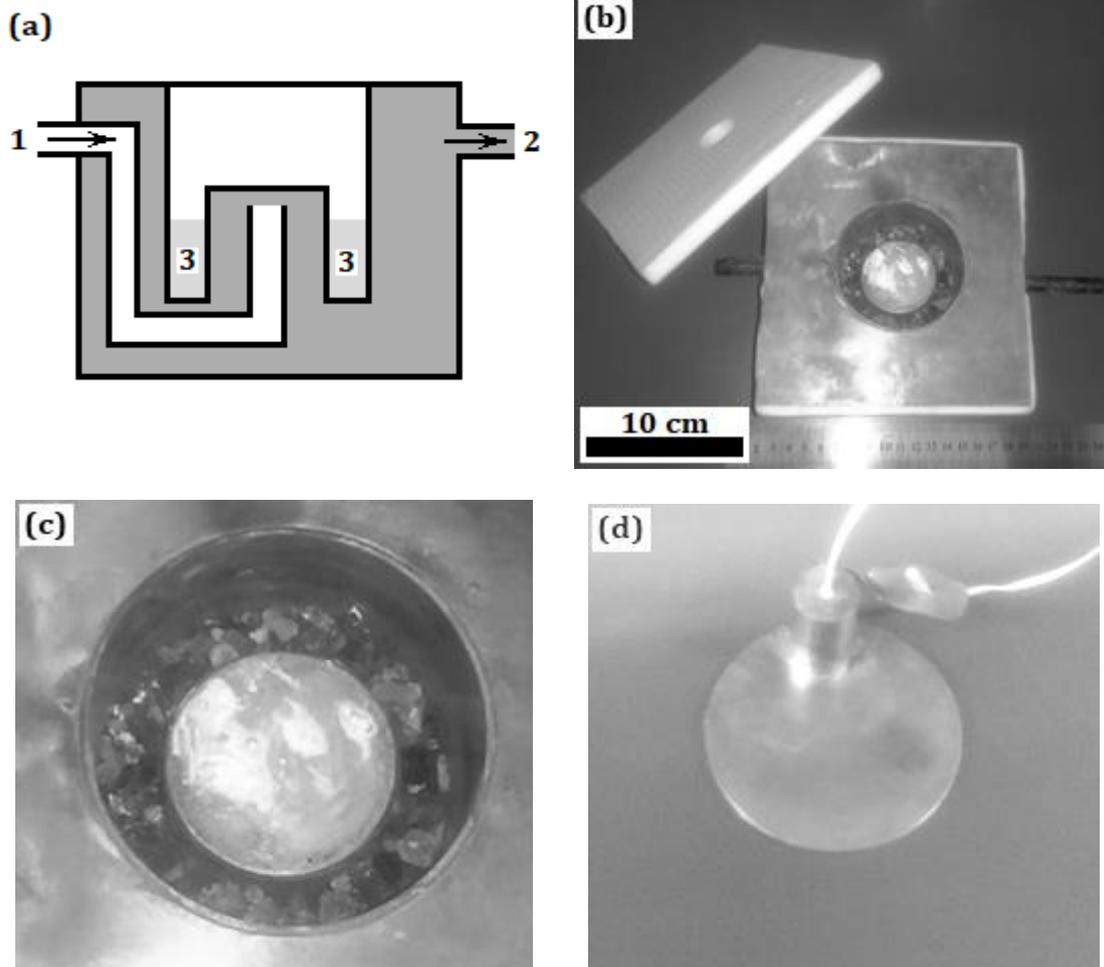


Figura 2.31. a) Diagrama de la celda fría. b) Foto superior de la celda refrigerante y su tapa. c) Detalle del interior de la celda. d) Detalle de la platina de la muestra, el censado de temperatura se realiza en aire y metal.

Con la celda fría montada al microscopio confocal y termalizada con el lente objetivo (modelo *MPlanApo N 20x/0.6 LEXT $\infty/0/FN18$*) del microscopio en su interior (Figura 2.32), rápidamente se introduce la muestra y se tapa la celda para volver a montarse. Luego de esto, el interior de la celda necesita unos 20

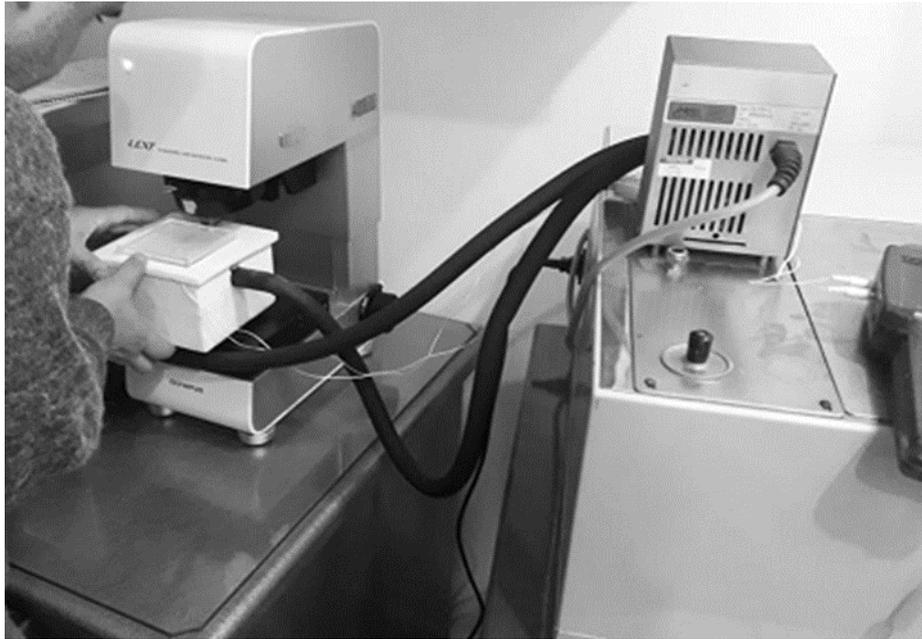


Figura 2.32. Colocación de la celda fría en el microscopio confocal (izquierda), notar que la celda es recubierta en polietileno expandido (Telgopor) de alta densidad para mayor aislamiento. A la derecha se observa el circulador del baño térmico de la marca Lauda con sus respectivas mangueras conectadas a la celda para la circulación del refrigerante.

minutos para poder termalizar y lograr un equilibrio de humedad. El censado de la temperatura es continuo en aire y sobre la base de la celda, por medio de dos termistores conectados a un datalogger modelo *Xplorer GLX • PS-2002*.

Un problema pendiente a resolver es cómo evitar la exposición al aire caliente y húmedo del ambiente al introducir la muestra cristalina dentro de la celda. De esta manera ya no sería necesario partir de un BG con condiciones iniciales totalmente arbitrarias, y se lograría un mejor estudio conforme a las idealizaciones de los modelos.

2.3.2 Medición de la energía relativa superficial del BG

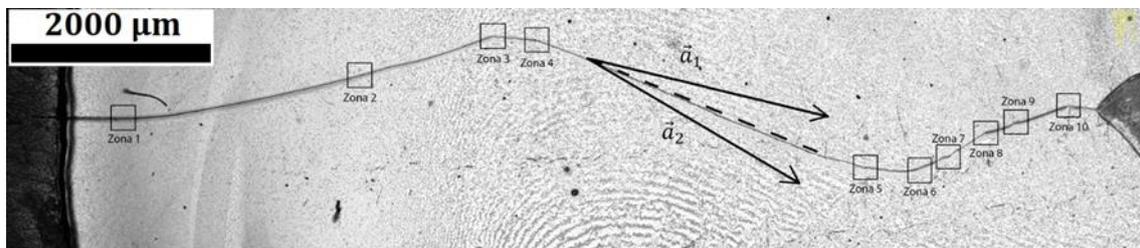


Figura 2.33. Microfotografía de una réplica en anillo tomada en el microscopio confocal de una muestra cristalina sobre el plano basal. Notar como el BG toma múltiples valores de inclinación en toda su extensión. Cada zona marcada por cuadrados indica los lugares donde se estudió el perfil del BG.

Las réplicas en anillos fueron digitalizadas y mapeadas tridimensionalmente mediante un microscopio confocal (modelo *Olympus LEXT OLS4000 3D Laser*). El primer paso consiste en la toma de una imagen compuesta (lente *LEXT MPlanApo N 5x*) de baja resolución (Figura 2.33) de la

muestra para identificar las zonas a estudiar. Posteriormente se realiza un mapeo tridimensional de alta resolución (lente *LEXT MPlanApo N 50x /0.95 ∞ /0/ FN18*) para cada inclinación α a lo largo del anillo. Las imágenes de alta resolución (Figura 2.34 y Figura 2.35) tomadas tienen una definición de 0,25 μm /píxel en el plano XY y de 0,012 μm en la vertical [73].

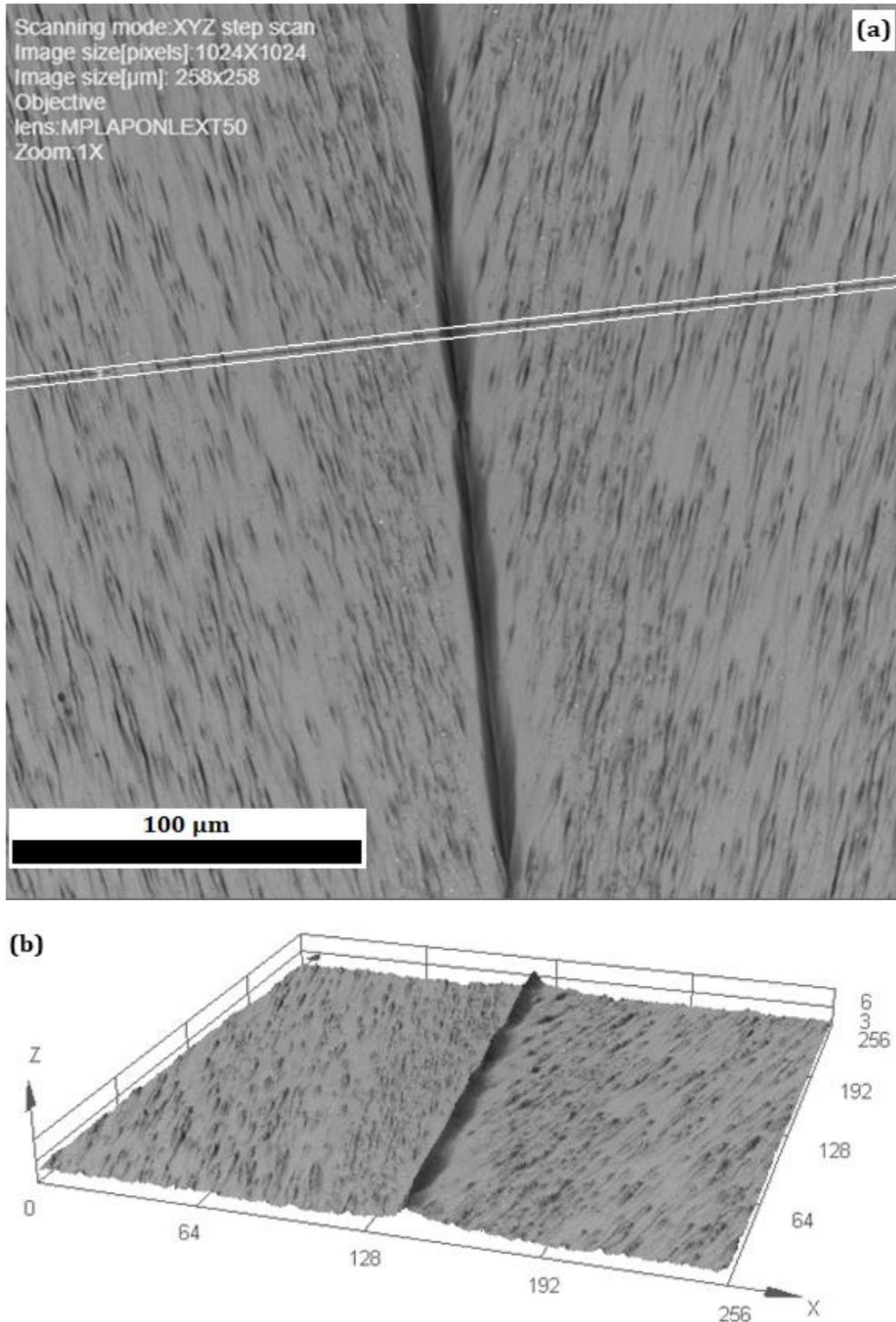


Figura 2.34. Micrografías 3-D láser de alta resolución de un sector de muestra en anillo para una muestra bicristalina sobre el plano $(1\ 1\ \bar{2}\ 0)$. a) Entre las líneas blancas se toman diez perfiles de BG. El “rayado” sobre la superficie es paralelo al plano basal de cada muestra. b) Perspectiva 3-D de la superficie. Detalles de la lente e imagen en la esquina superior izquierda.

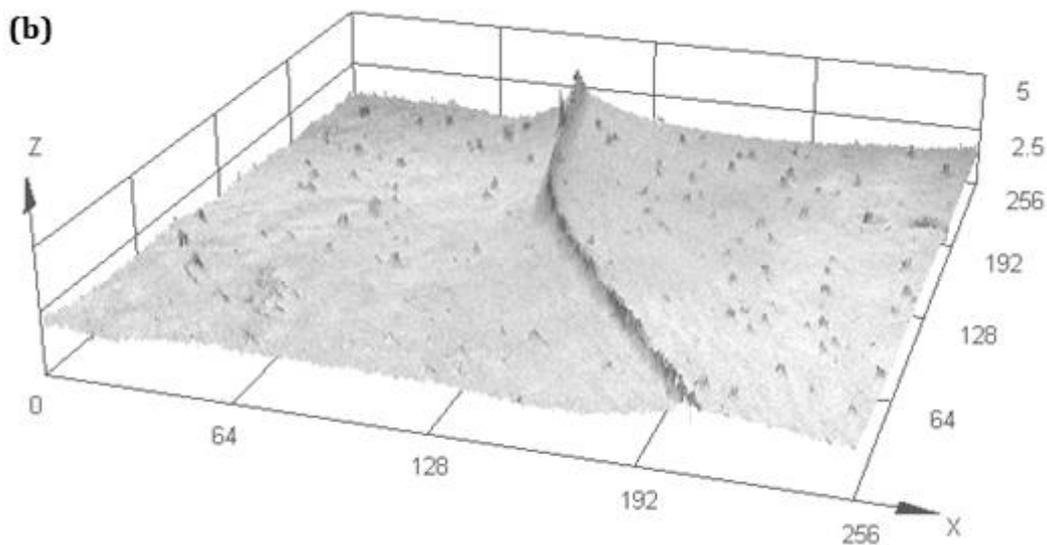
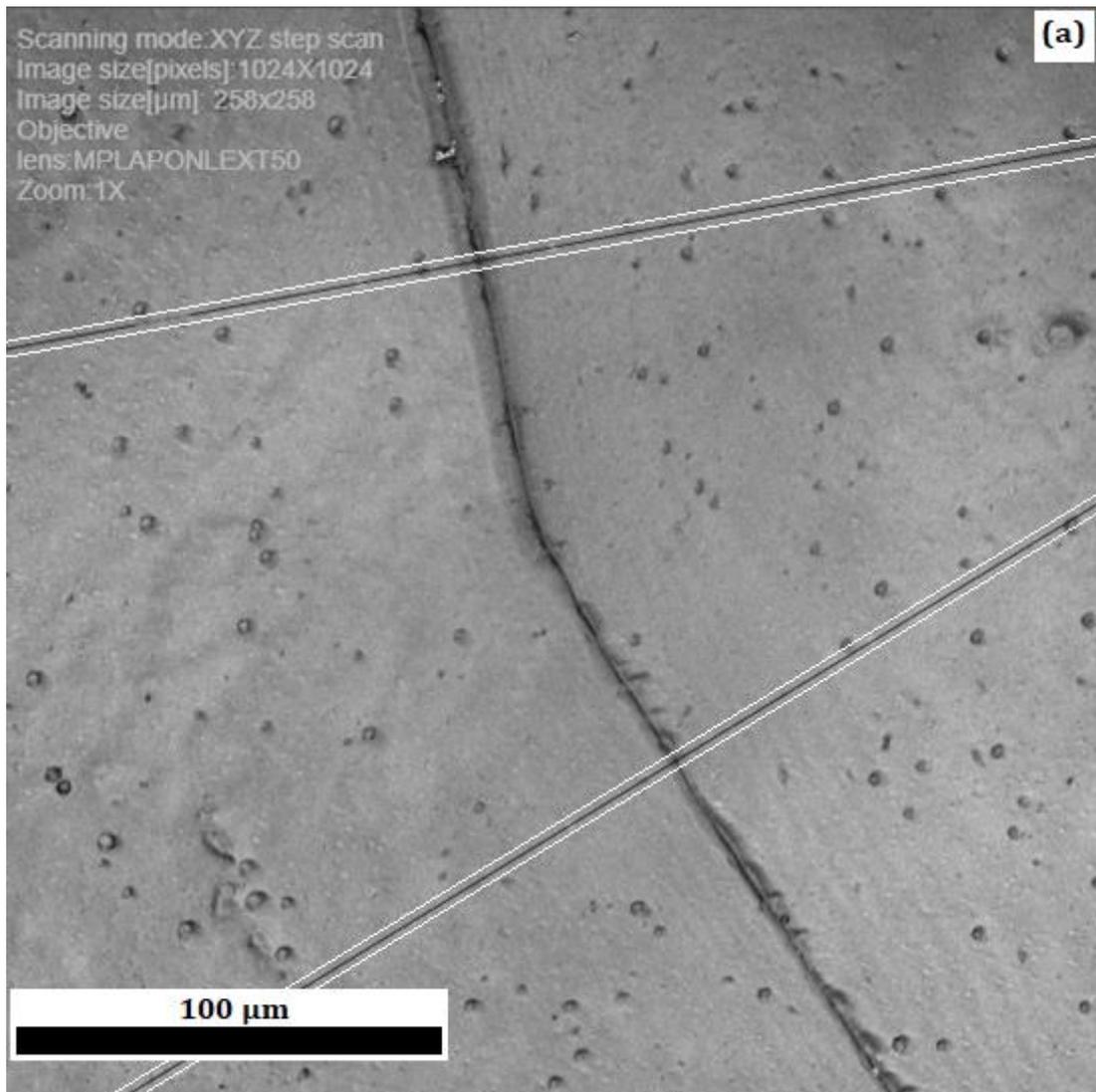


Figura 2.35. Micrografías 3-D láser de alta resolución de un sector de muestra en anillo para una muestra bicristalina sobre el plano $(0\ 0\ 0\ 1)$ donde se puede observar que el borde de grano toma dos inclinaciones distintas. a) Entre cada pareja de líneas blancas se toman diez perfiles de BG. b) Perspectiva 3-D de la superficie. Detalles de la lente e imagen en la esquina superior izquierda.

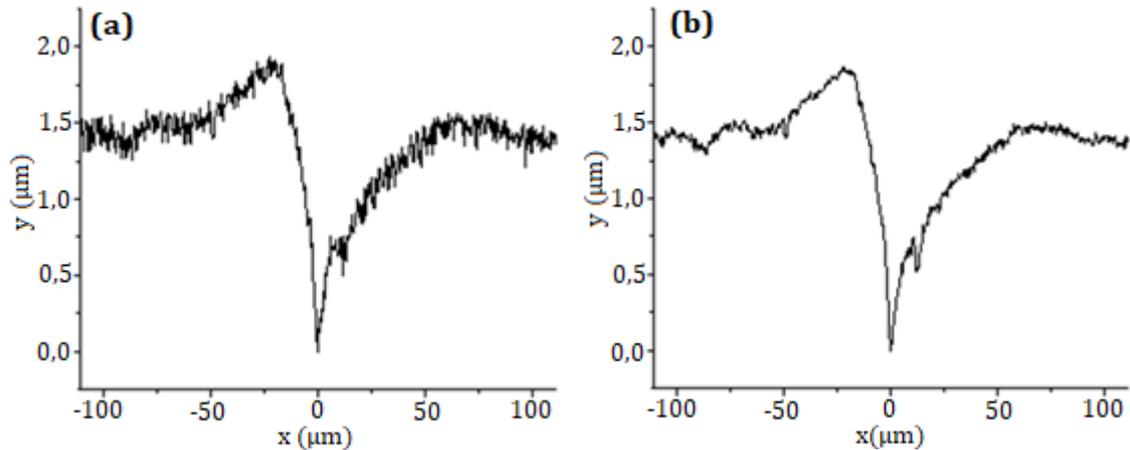


Figura 2.36. a) un perfil simple perpendicular al borde de grano y b) el resultado de promediar múltiples perfiles simples.

A la hora de tomar el perfil del borde de grano primero se corrige la horizontal de la imagen tridimensional. El software para el procesamiento de imágenes provisto por Olympus (*OLS4100 v. 3.1.1.1*) permite corregir el plano de la inclinación de la imagen. Esta corrección es necesaria ya que el apoyo del anillo acrílico sobre la platina del microscopio no es perfectamente horizontal.

Una vez corregida la imagen, se traza un corte de manera perpendicular al plano del borde de grano como se indica en la Figura 2.34 y en la Figura 2.35. Esta rodaja que se corta del volumen de la muestra mapeada se toma con un espesor de $2,51 \mu\text{m}$ y comprende diez perfiles en total. Cada perfil individual (Figura 2.36a) presenta demasiado ruido instrumental y no permite su medición. Para lograr el suavizado de la curva se promedian los perfiles que la comprenden, conformando así un perfil promedio (Figura 2.36b) dentro del espesor de la rodaja medida.

La energía se calcula a partir del perfil promedio acorde a la ecuación (29). En la adyacencia del vértice del borde de grano se determinan las líneas de tendencia a cada costado (Figura 2.37). A partir de las pendientes las líneas de tendencia se determina el valor de θ , con el que se calcula el coeficiente γ_{bg}/γ_s .

Todo este proceso se repite cinco veces para cada inclinación α a lo largo del BG. Es decir que para un dado α se tienen cinco valores para el coeficiente γ_{bg}/γ_s . A partir de estos cinco valores se calcula un valor γ_{bg}/γ_s promedio en función de α , y el error viene determinado por dispersión de errores.

Por ejemplo, en la Figura 2.34 se tiene un solo valor de α y se determina γ_{bg}/γ_s sobre cinco rodajas. Con eso se calcula un γ_{bg}/γ_s promedio para ese α . En la Figura 2.35 el BG presenta dos inclinaciones distintas, y se determina entonces dos valores de γ_{bg}/γ_s promedio (uno para cada α).

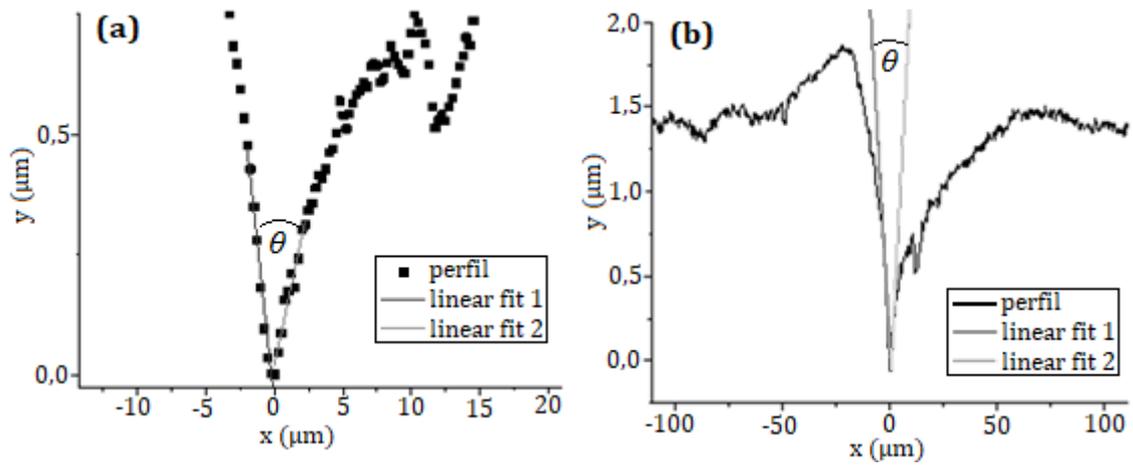


Figura 2.37. a) Detalle de la zona cercana al vértice del borde de grano y b) la misma imagen, pero con menor aumento (notar la diferencia de escalas entre los ejes). Se traza la línea de tendencia a cada costado del borde de grano.

3 Resultados experimentales y discusión

En esta sección se presenta a continuación los resultados experimentales obtenidos. Primero se presenta “Observación directa de la evolución del surco del borde de grano en hielo puro mediante microscopio óptico”, donde se obtiene un valor experimental para el coeficiente de difusión en el hielo. Luego se presenta “Evolución de la forma del surco del borde de grano: observación directa del borde de grano en la superficie del hielo puro”, aquí el borde de grano es observado mediante microscopía confocal láser y se obtiene que, para las condiciones dadas, la difusión gaseosa es dominante en la evolución del BG. Finalmente se presentan las secciones “Energía relativa de borde de grano en muestras $\langle 11-20 \rangle / \varphi$ ” y “Energía relativa de borde de grano en muestras $\langle 0001 \rangle / \varphi$ ”, donde se muestran las energías medidas para dichas desorientaciones a $T = -18\text{ }^\circ\text{C}$ y $T = -5\text{ }^\circ\text{C}$, junto con un abanico de diferentes inclinaciones para cada caso.

3.1 Observación directa de la evolución del surco del borde de grano en hielo puro mediante microscopio óptico

Como se mencionó en la técnica experimental, se analizaron las micrografías del BG en una muestra con aceite de siliconas. De las micrografías se obtuvo la evolución del surco del BG en función del tiempo. Finalmente, se presentan dos ajustes para la verificación del proceso dominante en el ensanchamiento del BG.

La evolución del semiancho $a(t)$ del surco del BG se muestra en la Figura 3.1a. El tiempo presentado en dicha figura representa el tiempo desde la primera micrografía tomada de la muestra. El ajuste presentado en la figura se corresponde a la ecuación (18) para el caso de difusión superficial ($n = 1/4$). Donde se observa un buen ajuste del modelo para la etapa inicial de medición, seguido posteriormente de una dispersión notable de los puntos para tiempos grandes. Estando esto asociado a una dificultad creciente con el tiempo para la observación del semiancho mediante las micrografías.

Como verificación del valor de la exponente $n = 1/4$, se graficó también $\ln(a_e/a_{e0})$ vs $\ln(t/t_{e0})$ (Figura 3.1b). El comportamiento de los resultados se describió mediante la relación lineal siguiente:

$$\ln(a_e/a_{e0}) = c \ln(t/t_{e0}) + b \quad (30)$$

donde a_e es el semiancho medido experimentalmente, a_{e0} y t_{e0} son el primer par de valores medidos. Los valores de los parámetros de ajuste son:

$$b = (-0,51 \pm 0,09) \quad \text{y} \quad c = (0,25 \pm 0,02)$$

El ajuste tiene un coeficiente de regresión $R^2 = 0,80276$. Como se puede ver la pendiente es indistinguible con el valor $1/4$, en concordancia con lo observado en la Figura 3.1a. Este segundo resultado verifica que el proceso de difusión sería el dominante en la evolución del BG para las condiciones

experimentales presentadas. El valor de $b \neq 0$ se debe a que la medición no comienza desde el pulido inicial.

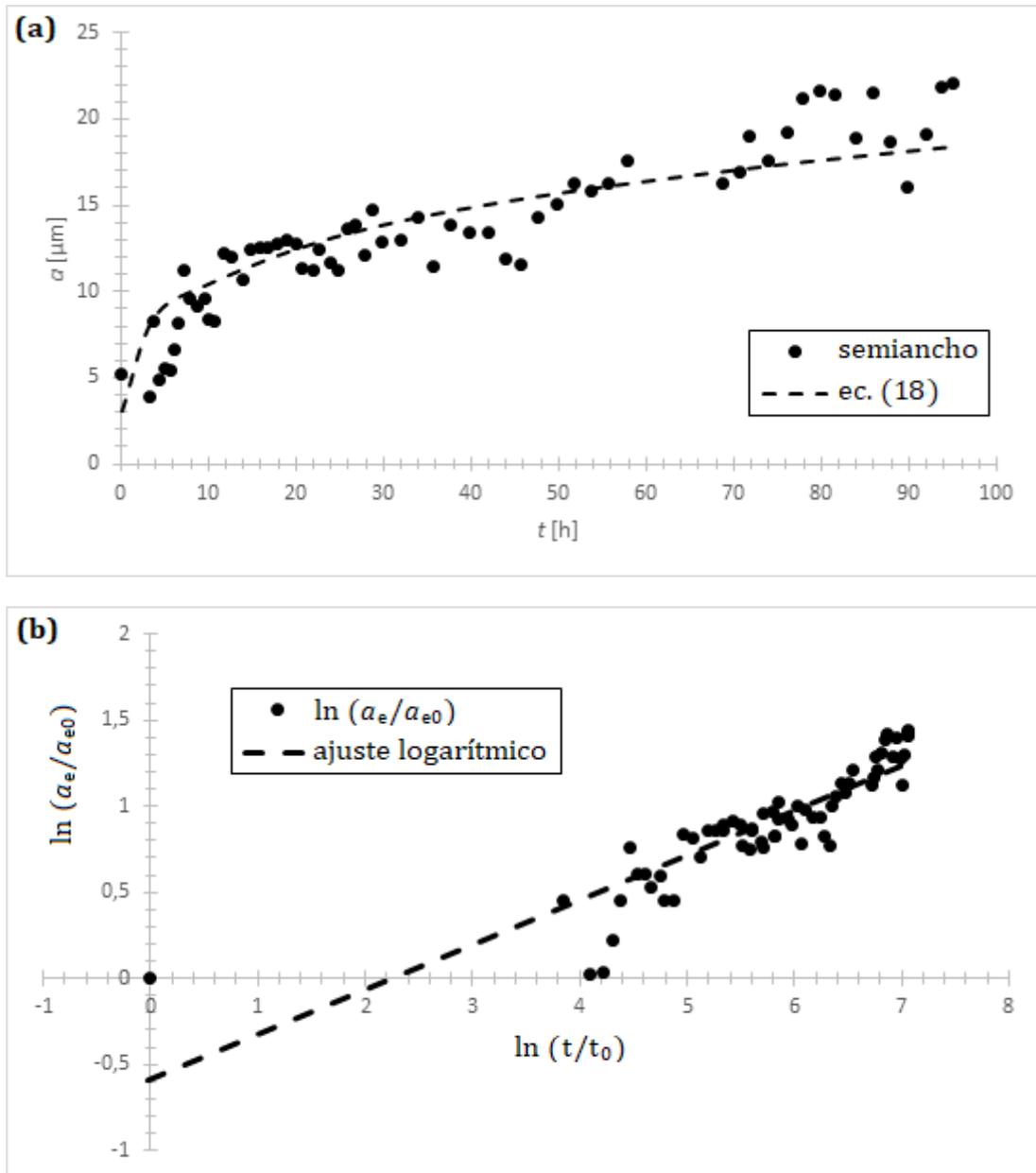


Figura 3.1. a) Evolución temporal del semiancho α_e y su respectivo ajuste dado por la ecuación (18) con $n = 1/4$; b) ajuste logarítmico descrito en la ecuación (30). Publicado en [74].

Para completar la asociación se identificó en el ajuste lineal el valor del parámetro B que aparece en la ecuación (6). Para esto se reescribió la ecuación (18) como:

$$\alpha_e = \alpha_{e0}(t/t_{e0})^c e^b \quad (31)$$

El parámetro B viene dado por: $B = \frac{1}{t_0} \left(\alpha_{e0} \frac{e^b}{2,3} \right)^4$; con t_0 el tiempo inicial dado por la Ecuación (18).

A partir de los datos se obtuvo:

$$B = (1,2 \pm 0,5) 10^{-28} m^4 s^{-1}$$

Tabla 2.

Parámetros físicos del hielo puro: Ω es el volumen molecular, γ_s es la energía superficial para la interface - hielo aire, γ_{sl} es la energía superficial para la interface hielo - aceite de silicona, y ν es el número de átomos por unidad de área.

| Parámetro | Valor | Referencias |
|--------------------------------------|----------------------------|-------------|
| Ω | $3,6 \cdot 10^{-29} m^3$ | Hobbs [75] |
| γ_s | $0,109 J/m^2$ | Hobbs [75] |
| $\gamma_{s \text{ glicerina/hielo}}$ | $0,03531 J/m^2$ | Gu [76] |
| ν | $3,29 \cdot 10^{18} 1/m^2$ | Hobbs [75] |

Con este valor y a partir de la ecuación (8); se calculó un valor del coeficiente de difusión D_s . Usando los parámetros físicos reportados en la Tabla 2 se obtuvo el valor:

$$D_s = (3,16 \pm 1,23) 10^{-9} m^2 s^{-1}$$

Este valor de D_s es comparable al reportado por Nasello y Di Prinzio, quienes usaron un método muy similar [77]. Estos autores determinaron el coeficiente de difusión a partir de la medición del tiempo en el cual el surco alcanzó un ancho aproximado de $10 \mu m$ a partir de la ecuación (8). Aunque no reportan la evolución del surco, encontraron un valor de $D_s = 2,1 \cdot 10^{-9} m^2 s^{-1}$ para $T = -5 \text{ }^\circ C$.

3.2 Evolución de la forma del surco del borde de grano: observación directa del borde de grano en la superficie del hielo puro

Se produjo un bicristal tilt $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 50^\circ$ siguiendo la técnica desarrollada por Di Prinzio y col. [53] [78]. Se trabajó la muestra dentro de la cámara frigorífica a $-10 \text{ }^\circ C$ donde se cortó con calor al tamaño adecuado mediante el dispositivo diseñado para este fin, que se mostró en la Figura 2.8. Posteriormente, la muestra (Figura 3.2) fue pulida mediante micrótomo y adherida a una platina metálica para su transporte a la celda criogénica y posterior medición (todo este proceso e instrumental se explica con más detalle en la sección "Observación directa de la superficie de hielo por microscopía confocal láser"). La muestra fue mantenida en un ambiente seco con sílica gel durante 3 horas, en las cuales se tomaron micrografías confocales (Figura 3.3) cada 15 minutos.

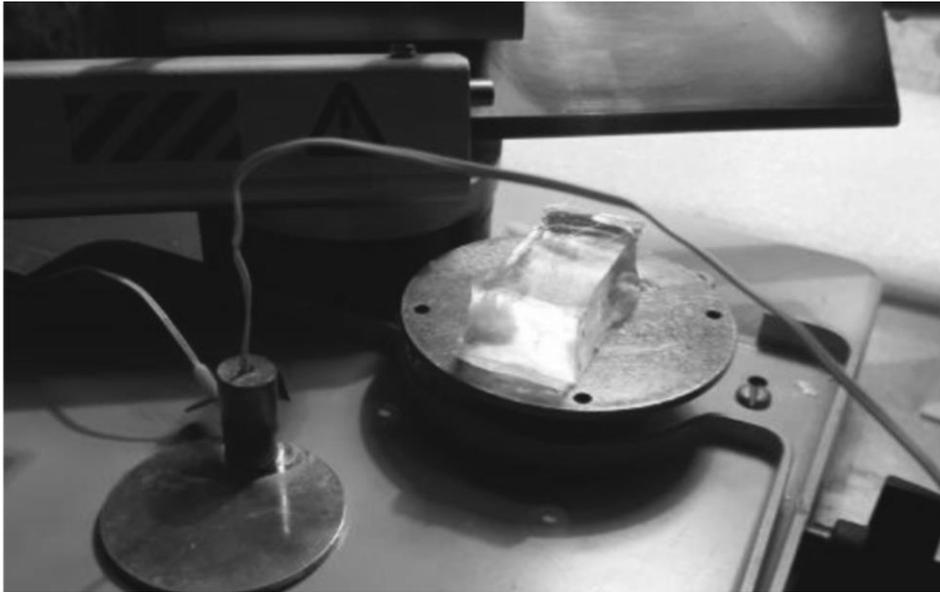


Figura 3.2. Bicristal de hielo ultrapuro montado en el micrótopo para su pulido. Abajo a la izquierda y conectada a dos termistores, se aprecia la platina metálica donde se monta la muestra luego de ser pulida. Publicado en [44].

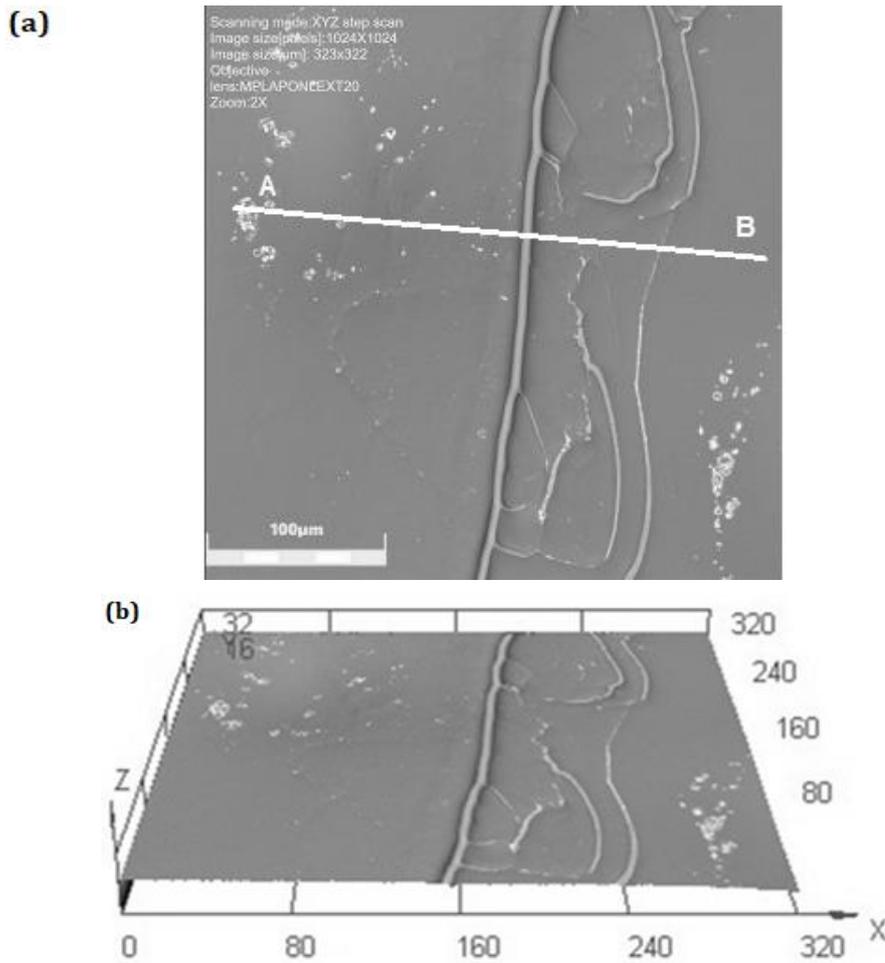


Figura 3.3. a) Vista superior de la micrografía láser 3D, con detalle de la sección del perfil A-B estudiado. b) La misma superficie en perspectiva (escala en μm). Publicado en [44].

Las micrografías confocales fueron tomadas siempre sobre la misma zona de la superficie de la muestra; donde se seleccionó para el estudio un perfil A-B transversal a la superficie y al borde de grano.

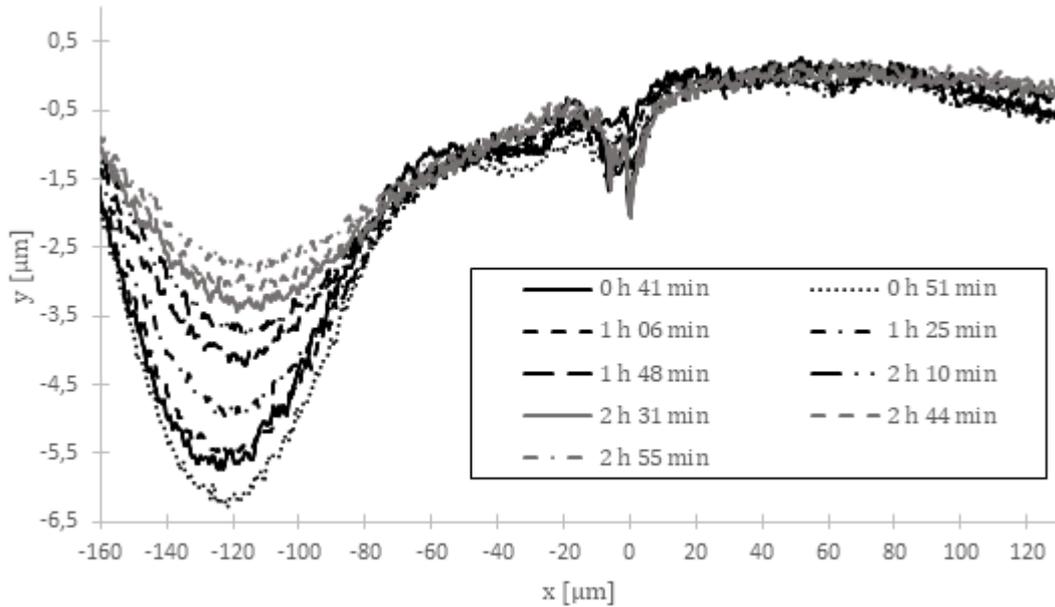


Figura 3.4. Perfil superficial de la sección A-B a diferentes tiempos y $T = -5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Con el vértice de BG centrado en $x=0$ para todos los tiempos. Publicado en [44].

En la Figura 3.4 se presenta la evolución temporal del perfil de la muestra a través del segmento A-B. En esta figura se puede notar que la zona a la izquierda del borde de grano presenta un pozo profundo en la superficie del bicristal de hielo. Sin embargo, la zona de la derecha no parece estar afectada. Es así que sólo se analizaron los perfiles de la zona derecha ($x \geq 0$) del BG, a fin de poder estudiar sus características morfológicas y físicas.

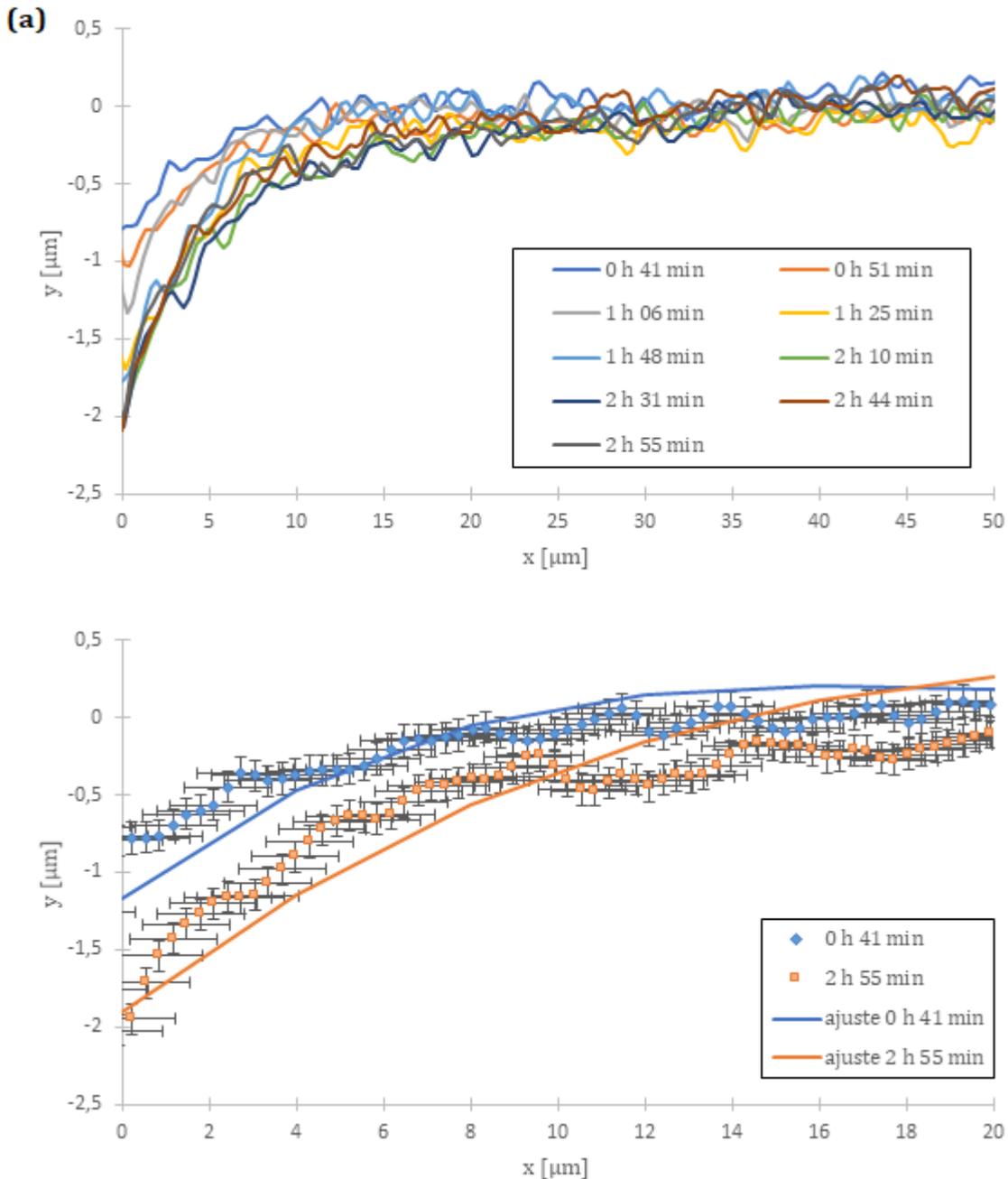


Figura 3.5. (a) Perfil derecho del surco del BG a distintos tiempos. (b) Ajuste numérico del perfil a partir de la Ecuación (24), para 41 minutos y para 2 horas con 55 minutos. Publicado en [44].

En la Figura 3.5a se presentan los perfiles derechos del surco del borde de grano correspondientes a la sección A-B, presentados en la Figura 3.4.

A partir de la ecuación (21) se calculó p_c mediante los parámetros físicos de hielo presentados en la Tabla 2. Con los tiempos $t_{inicial} = 2700$ s y $t_{final} = 10500$ s medidos desde el momento de pulido de la muestra se tiene que $p_{c\ inicial} \approx 5$ y $p_{c\ final} \approx 6$, es así que se toma la ecuación (24) como la más conveniente ($p_c \gg 1$) acorde al modelo propuesto. En la Figura 3.5b se presenta el perfil medio inicial a 2700 s del pulido de la muestra y el perfil medio final a 10500 s del pulido, con los ajustes correspondientes según la ecuación (24). Los perfiles medios en cada caso fueron obtenidos promediando sobre un espesor

de $2,51 \mu\text{m}$ del surco de borde de grano en torno a la sección A-B. De esta manera se suavizó el perfil estudiado, reduciendo el ruido instrumental. Se puede ver que la ecuación (24) ajusta los datos experimentales al inicio de la evolución, y manteniéndose así en las proximidades del BG para tiempos largos.

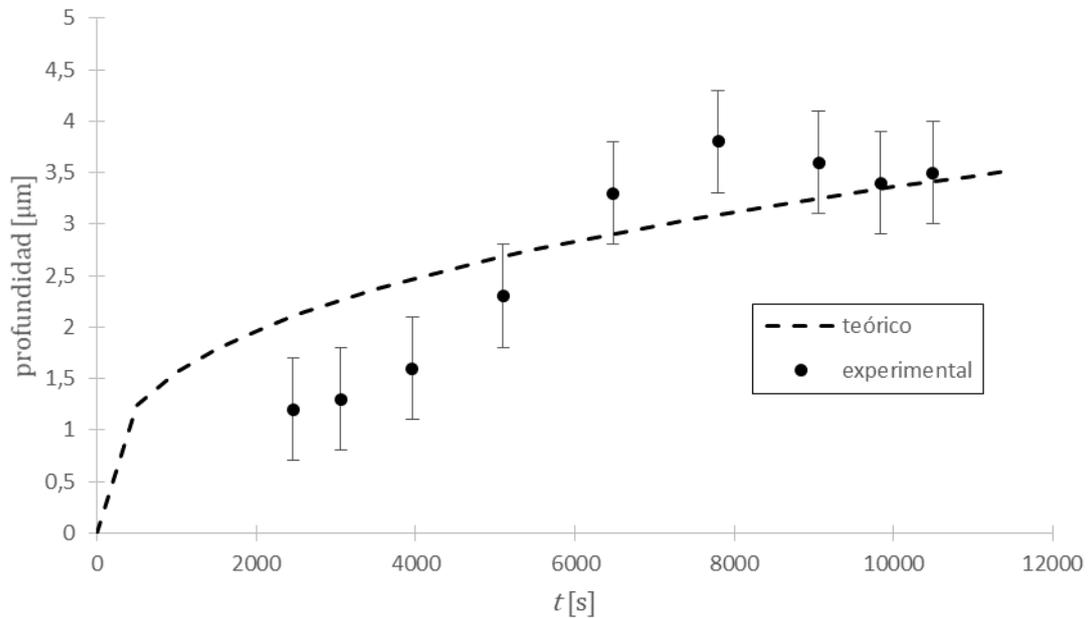


Figura 3.6. Profundidad del surco del borde de grano a distintos tiempos. Publicado en [44].

De los perfiles presentados en la Figura 3.5a se midieron las profundidades del BG a cada tiempo, y a partir de esto se tiene la Figura 3.6. En la misma figura se presenta la evolución temporal de la profundidad obtenida a partir de la ecuación (24) y haciendo $x = 0$, es decir sobre el vértice del BG. Como se puede ver los datos experimentales son acordes al caso $p \gg 1$.

3.3 Energía relativa del borde de grano en muestras $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$

A partir de la ecuación (29) se calculó la energía relativa superficial de borde de grano en hielo para $T = -5,0 \pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C}$ (Figura 3.7) y para $T = -18,0 \pm 0,1 \text{ } ^\circ\text{C}$ (Figura 3.8), a partir de cinco muestras bicristalinas $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$ para cada temperatura. Para detalle de la medición experimental del ángulo del BG ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”. Para detalle de la forma individual de cada perfil se puede ver el Apéndice A y para detalle de los valores de energía se puede ver el Apéndice C.

Dado que la inclinación del borde de grano no puede ser controlada, el rango de las inclinaciones es diferente para cada una de las muestras bicristalinas a las diferentes temperaturas.

Se sembraron múltiples muestras bicristalinas, de las cuales se seleccionaron aquellas cuya desorientación φ fuese la más cercana a las desorientaciones especiales determinadas por Gonzáles [23] mostradas en la Tabla 1. Las CSL de todas las desorientaciones presentadas en la Tabla 1 tienen

una celda unidad con la forma de un paralelepípedo de ángulo recto, como se muestra en la Figura 1.14 [23] [42]. Cuando un borde de grano coincide con una de las caras de la celda, los planos cristalinos de los granos a cada costado del borde de grano son planos equivalentes. Por ejemplo, para el bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / 26,53^\circ$ el borde de grano es paralelo a una de las facetas de la celda y es formado por los planos $\{9\bar{9}0\bar{4}\}$ y $\{9\bar{9}04\}$ de cada uno de los granos que forman el bicristal.

Las muestras de hielo estudiadas estuvieron en una atmósfera seca debido a la presencia de sílica gel [79]. Así entonces la evolución del surco del BG viene dada por los mecanismos de difusión superficial y evaporación libre de manera simultánea.

Desde la Figura 3.9 a la Figura 3.13 se ve que para los bordes de grano $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$, la energía relativa superficial a -5°C es menor que para el caso de -18°C .

Di Prinzio [56] y Boinovich [62] reportaron que la energía superficial hielo-vapor decrece entre 10% y 13% con la temperatura en el rango $0^\circ\text{C} < T < -18^\circ\text{C}$. Por lo que el cambio de la energía superficial γ_s con la temperatura, no puede ser suficiente para explicar la variación de la energía relativa superficial γ_{bg}/γ_s con la temperatura en bordes de grano simétricos. Esto indica que γ_{bg} debe ser menor que γ_s tanto a -18°C como a -5°C para bordes de grano simétricos [56]. Lo que indica que la estructura de los BGs simétricos cambia poco en el rango de temperatura [80].

Se observa que los BGs asimétricos a -5°C (Figura 3.7) tienen un valor de γ_{bg}/γ_s menor que a -18°C (Figura 3.8). Es así que para bordes de grano asimétricos, la variación de γ_s con la temperatura no es suficiente para explicar la variación del cociente γ_{bg}/γ_s . Esto indica que γ_{bg} es mayor a -18°C que a -5°C para bordes de grano asimétricos. Este comportamiento coincide con el descrito por Cheng [80], donde reportan que la energía del borde de grano crece cuando la temperatura de la muestra se aleja del punto de fusión; por lo que la estructura se modifica con la temperatura.

Miura [81] estudió la variación de γ_{bg}/γ_s en bordes de grano simétricos ($\alpha = 0^\circ$) en muestras de cobre sobre el eje $\langle 110 \rangle$ para temperaturas entre 1273 K y 1123 K. En ese trabajo, la energía relativa del borde de grano especial ($\langle 110 \rangle / 70,5^\circ$; $\Sigma = 3$) no presentó variaciones con la temperatura y sus valores permanecieron debajo de 0,1. Sí mostró en cambio dependencia con el ángulo de desorientación φ ; como se ve en la Figura 3.7 y en la Figura 3.8.

De la Figura 3.9 a la Figura 3.13 podemos observar que γ_{bg}/γ_s aumenta con la inclinación α para cada desorientación estudiada a -18°C conforme se aleja de la simetría ($\alpha > 0$). La desviación estándar de γ_{bg}/γ_s no permite apreciar la variación de γ_{bg}/γ_s con la inclinación α a -5°C .

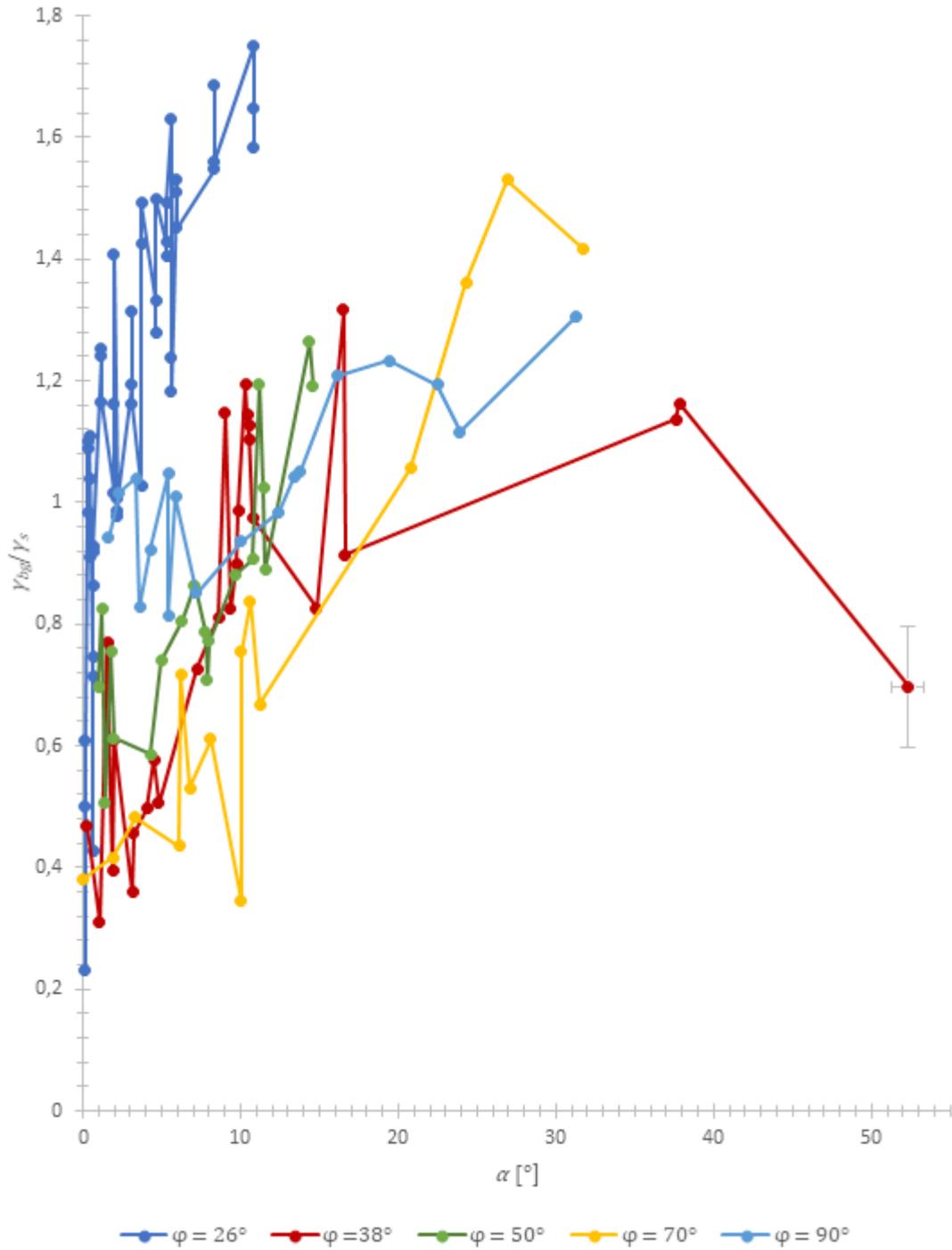


Figura 3.7. Energía relativa superficial de borde de grano para bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$ de hielo puro, medida experimentalmente para $T = -18^\circ\text{C}$. La incerteza para todos los puntos del gráfico se indica en el último par ordenado de la medición correspondiente a $\varphi = 38^\circ$. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bgr}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”).

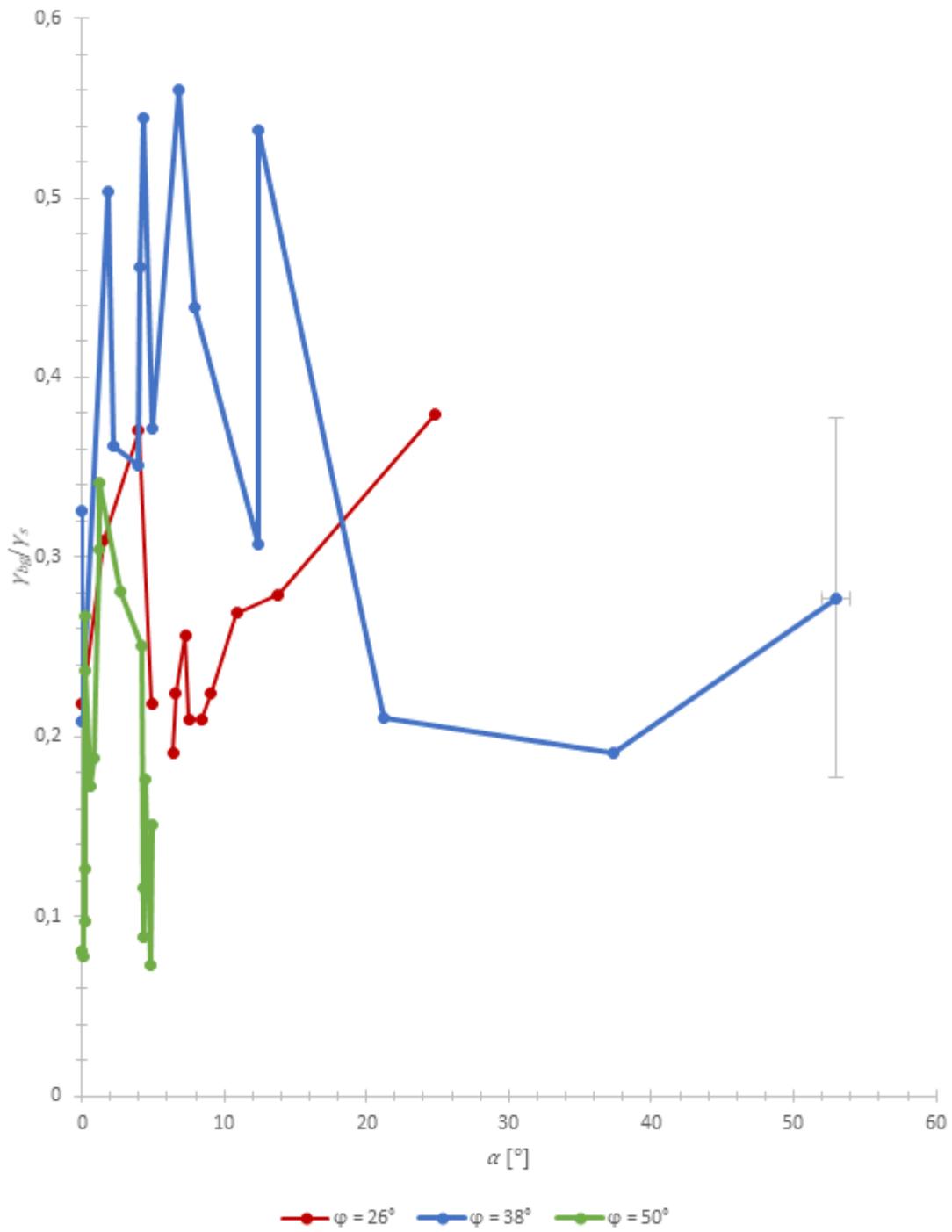


Figura 3.8. Energía relativa superficial de borde de grano para bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$ de hielo puro, medida experimentalmente para $T = -5^\circ\text{C}$. La incerteza para todos los puntos del gráfico se indica en el último par ordenado de la medición correspondiente a $\varphi = 38^\circ$. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”).

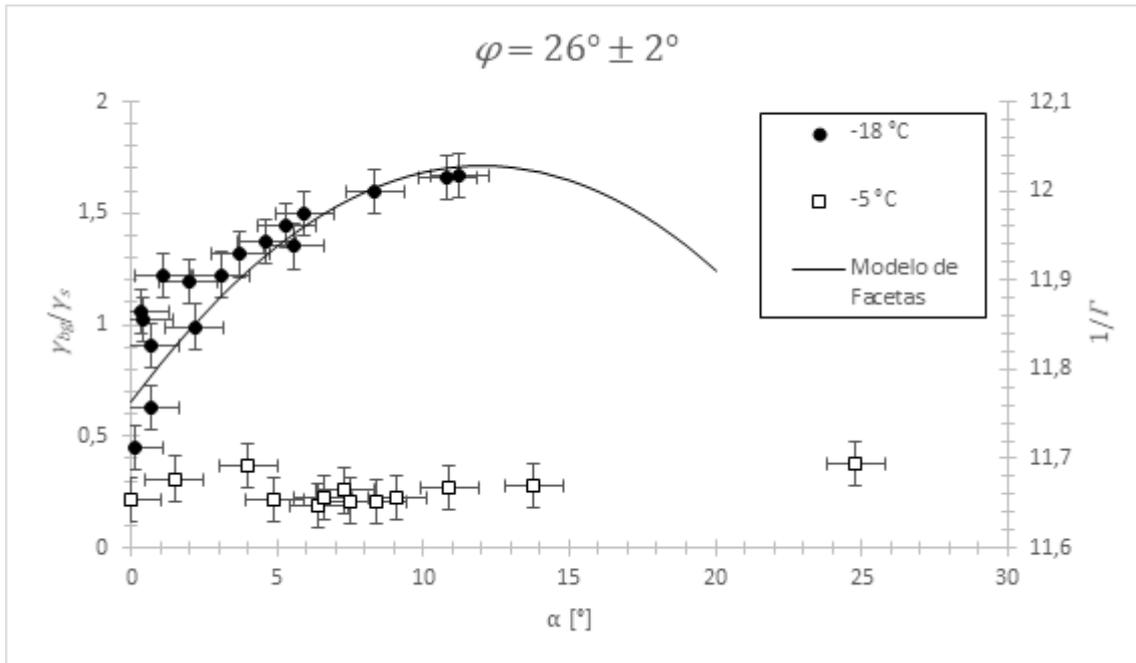


Figura 3.9. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro con diferentes desorientaciones $\langle 11\bar{2}0 \rangle / 26^\circ$ y diferentes inclinaciones α a -5°C y -18°C . La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (4) con los parámetros de la Tabla 1. Publicado en [42]. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”).

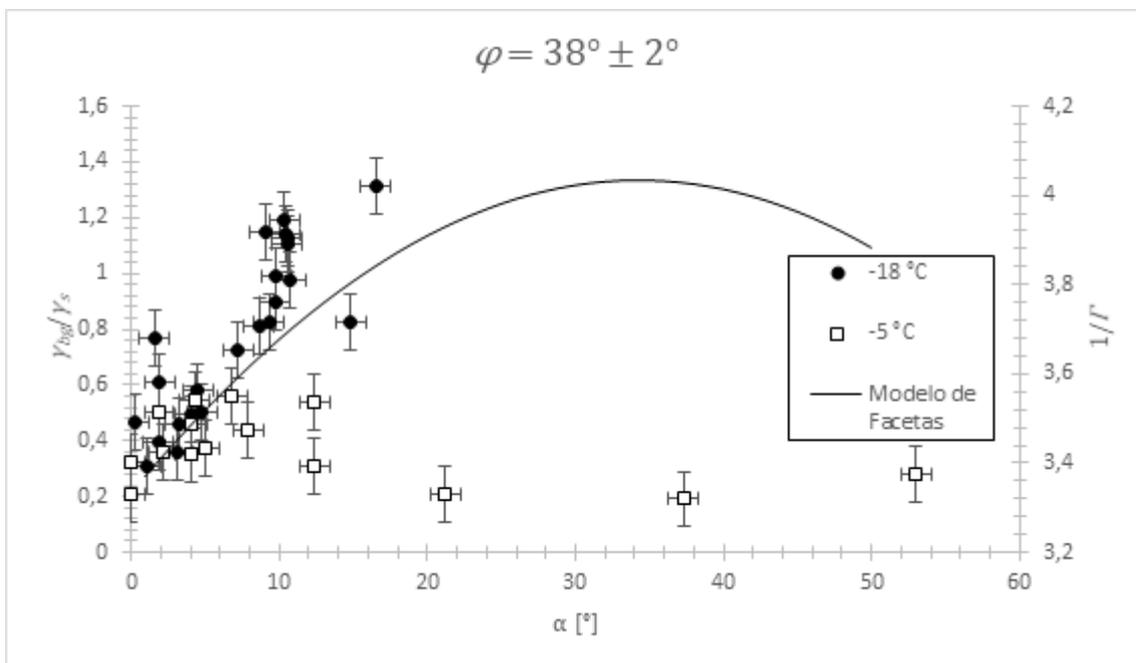


Figura 3.10. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro con diferentes desorientaciones $\langle 11\bar{2}0 \rangle / 38^\circ$ y diferentes inclinaciones α a -5°C y -18°C . La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (4) con los parámetros de la Tabla 1. Publicado en [42]. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”).

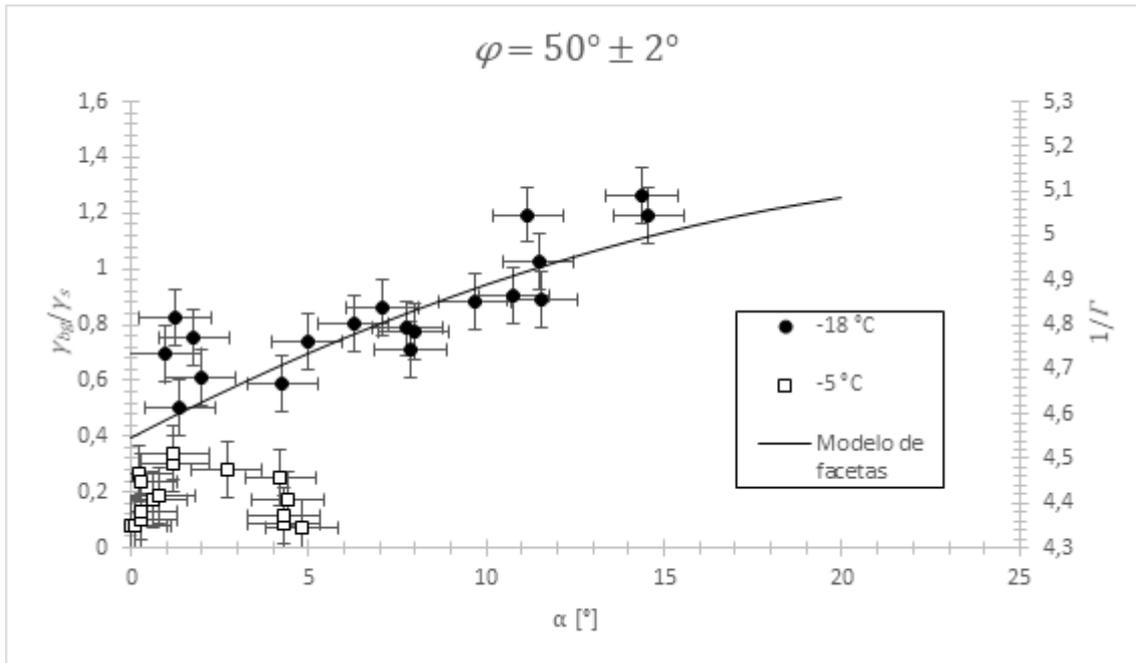


Figura 3.11. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro con diferentes desorientaciones $\langle 11\bar{2}0 \rangle / 50^\circ$ y diferentes inclinaciones α a -5°C y -18°C . La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (4) con los parámetros de la Tabla 1. Publicado en [42]. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”).

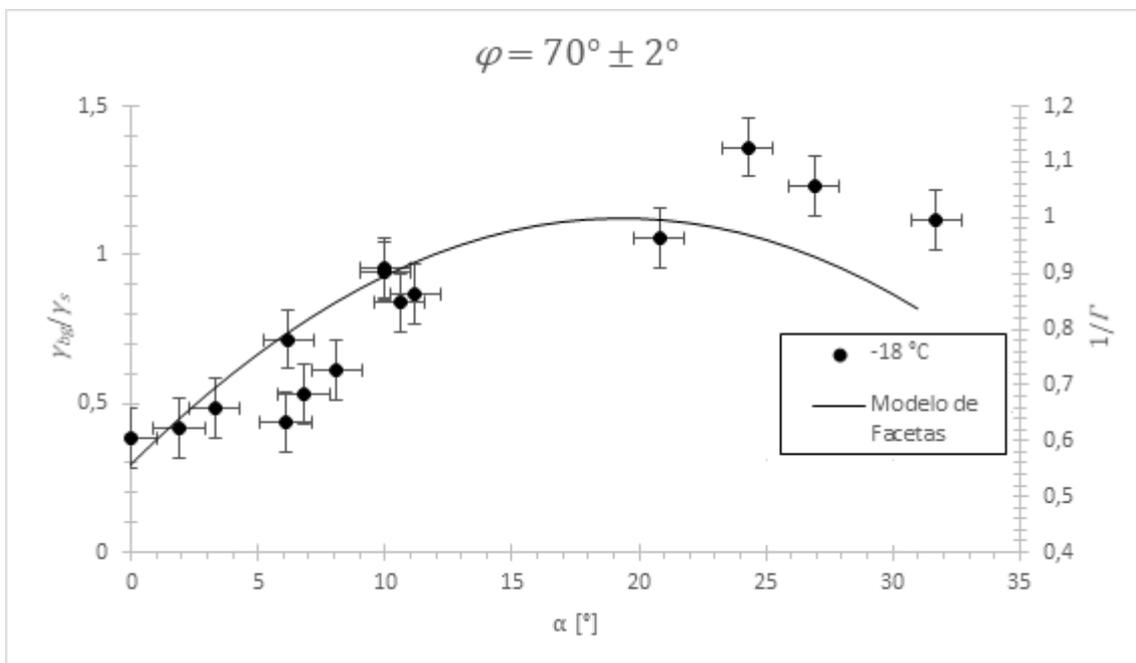


Figura 3.12. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro con diferentes desorientaciones $\langle 11\bar{2}0 \rangle / 70^\circ$ y diferentes inclinaciones α a -18°C . La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (4) con los parámetros de la Tabla 1. Publicado en [42]. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”).

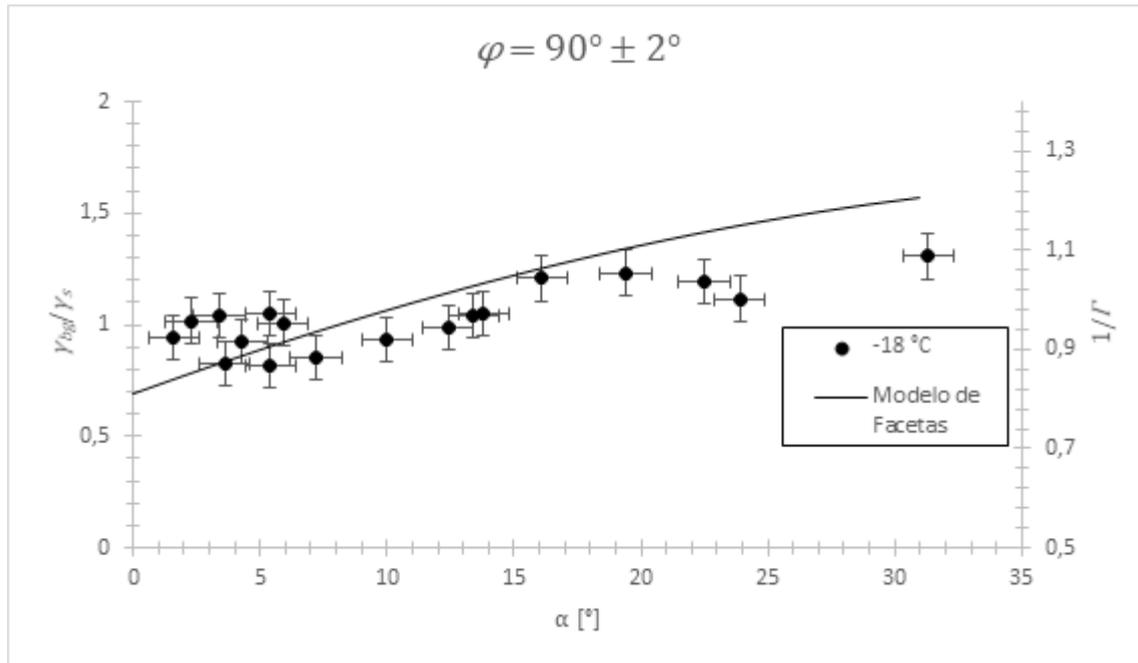


Figura 3.13. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro con diferentes desorientaciones $\langle 11\bar{2}0 \rangle / 90^\circ$ y diferentes inclinaciones α a -18°C . La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (4) con los parámetros de la Tabla 1. Publicado en [42]. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección "Medición de la energía relativa superficial del BG").

La energía relativa superficial γ_{bg}/γ_s toma valores cercanos a 0,5 para $\alpha = 0^\circ$ a -18°C . Se observa además la tendencia a alcanzar un máximo cercano a 1,5 para la inclinación determinada experimentalmente que llamaremos α_{eM} y que se presenta más adelante en la Tabla 3.

La variación de γ_{bg}/γ_s con la inclinación α para cada desorientación estudiada a -18°C también está presente en otros materiales. Skidmore [82] estudió la energía relativa superficial para muestras de Inconel® 600 sobre el eje $\langle 110 \rangle$ a 1273 K durante 10 h. Los autores observaron que γ_{bg}/γ_s para la orientación cristalina ($\langle 110 \rangle / 39^\circ$; $\Sigma = 3$) cambia con la inclinación del borde de grano.

Usando un valor de $\gamma_s = 98,8 \pm 0,4 \text{ mJ/m}^2$ reportado por Boinovich [62] a $T = -18^\circ\text{C}$ y, acorde a nuestros resultados, con $\gamma_{bg}/\gamma_s = 1,5$ se obtuvo que $\gamma_{bg} = 148 \text{ mJ/m}^2$. Este valor se condice con los valores obtenidos por Cheng [80] en sólidos.

Podemos ver que los datos experimentales de la energía relativa a -5°C presenta pequeñas variaciones para diferentes inclinaciones α ; aunque en muchos casos estas variaciones son indistinguibles dentro del error experimental. Como se mencionó anteriormente [80], la energía del borde de grano decrece para temperaturas cercanas al punto de fusión. Es así que esto último, en conjunto con las limitaciones experimentales, son las razones por las que no podemos apreciar alguna tendencia a esta temperatura.

La Tabla 1 presenta los índices de Miller de los planos simétricos 01 y 02, así como las densidades Γ_{01} y Γ_{02} en esos planos respectivamente [23].

El comportamiento de γ_{bg}/γ_s con la inclinación α para cada desorientación a -18°C , fue también observada por Di Prinzio [56] en simulaciones dinámicas sin poder ser explicado físicamente los valores del coeficiente. La densidad planar Γ_1 de la red de sitios de coincidencia en el plano 1, es la que mide la coincidencia entre los planos cristalinos a cada lado del borde de grano. Por lo tanto, si Γ_1 es grande, la energía del borde de grano debe ser baja. Por esa razón, Di Prinzio [56] y Druetta [30] encontraron que γ_{bg}/γ_s es proporcional a $1/\Gamma_1$ para BGs simétricos, sin reportar correlación para los BGs asimétricos.

El parámetro Γ brinda una relación entre los sitios de coincidencia y la superficie conformada por el BG. Donde a mayor cantidad de sitios de la red CSL en el BG, corresponde entonces menos grupos de átomos fuera de la posición original de la red a la cual pertenecen. Al reducir la cantidad de estos grupos de átomos, el BG debería tener menos energía de deformación. Es por esto que a mayor Γ se espera que el coeficiente γ_{bg}/γ_s sea bajo.

Para proporcionar una explicación a los resultados, se propone usar el modelo de facetas. Así, se puede pensar que en los bordes de grano asimétricos hay una estructura de escalones o facetas formadas por grandes planos Γ de la red de sitios de coincidencia (Figura 1.14) como observara Hondho [32]. Los escalones pueden ser los escalones de los planos 1 y 2 de la red de sitios de coincidencia.

Es así que γ_{bg}/γ_s puede ser proporcional [23] [30] a un parámetro $1/\Gamma$ modificando ligeramente la ecuación (4) y considerando isotrópica a γ_s . El factor $1/\Gamma$ puede ser expresado:

$$\frac{1}{\Gamma} = \frac{1}{\Gamma_1} \cos(\alpha) + \frac{1}{\Gamma_2} \sin(\alpha) \quad (32)$$

donde Γ_1 y Γ_2 son la densidad planar de los planos simétricos 1 y 2, respectivamente.

Aplicando entonces el modelo de facetas, la Figura 3.9 a la Figura 3.13 muestran el gráfico de la ecuación (32) calculado acorde a las variables Γ_1 y Γ_2 extraídas de la Tabla 1 superpuesto a los datos experimentales de γ_{bg}/γ_s .

Podemos ver que la función de la ecuación (32) tiene un comportamiento similar a los resultados experimentales a -18°C , lo que implica un rol importante de los planos gemelos 1 y 2 en la estructura del borde de grano. La ecuación (32) tiene un máximo en $\alpha_M = \text{atan}(\Gamma_1/\Gamma_2)$ en torno a los α_{eM} determinados experimentalmente (Tabla 3). En los casos donde α_{eM} no pudo ser medido experimentalmente, se determinó una cota menor. En todos esos casos α_{eM} fue mayor que la cota.

Tabla 3.

Valores de los índices de Miller para los planos simétricos 01 y 02 y las densidades Γ_{01} y Γ_{02} para las desorientaciones cristalinas $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$ (Tabla 1). Los valores experimentales de φ_e y α_{eM} y $\alpha_M = \text{atan}(\Gamma_{01}/\Gamma_{02})$. Publicado en [42].

| φ | Plano simétrico 01 | Plano simétrico 02 | φ_e | α_{eM} | α_M |
|-----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|------------------------|------------|
| 26,53° | $\frac{\{9\bar{9}0\bar{4}\}}{\{9\bar{9}04\}}$ $\Gamma_{01} = 0,1081$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{1}10\bar{8}\}}{\{\bar{1}108\}}$ $\Gamma_{02} = 0,4588$ $\alpha = 90^\circ$ | $26^\circ \pm 2^\circ$ | $> 12^\circ$ | 14,04° |
| 38,94° | $\frac{\{3\bar{3}0\bar{2}\}}{\{3\bar{3}02\}}$ $\Gamma_{01} = 0,3143$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{3}30\bar{1}6\}}{\{\bar{3}3016\}}$ $\Gamma_{02} = 0,444$ $\alpha = 90^\circ$ | $38^\circ \pm 2^\circ$ | $31^\circ \pm 1^\circ$ | 34,28° |
| 50,84° | $\frac{\{9\bar{9}0\bar{4}\}}{\{9\bar{9}04\}}$ $\Gamma_{01} = 0,2010$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{1}10\bar{4}\}}{\{\bar{1}104\}}$ $\Gamma_{02} = 0,4264$ $\alpha = 90^\circ$ | $50^\circ \pm 2^\circ$ | $> 25^\circ$ | 27,64° |
| 70,53° | $\frac{\{3\bar{3}0\bar{4}\}}{\{3\bar{3}04\}}$ $\Gamma_{01} = 0,2722$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{3}30\bar{8}\}}{\{\bar{3}308\}}$ $\Gamma_{02} = 0,7698$ $\alpha = 90^\circ$ | $70 \pm 2^\circ$ | $17^\circ \pm 1^\circ$ | 19,32° |
| 86,63° | $\frac{\{9\bar{9}0\bar{1}6\}}{\{9\bar{9}016\}}$ $\Gamma_{01} = 0,1617$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{1}10\bar{2}\}}{\{\bar{1}102\}}$ $\Gamma_{02} = 0,1617$ $\alpha = 90^\circ$ | $90^\circ \pm 2^\circ$ | $> 30^\circ$ | 45° |

3.4 Energía relativa de borde de grano en muestras $\langle 0001 \rangle / \varphi$

Los valores de la energía relativa superficial del borde de grano γ_{bg}/γ_s se obtuvieron a partir de la ecuación (29), de la misma manera que se hizo en previos trabajos [43] [71]. Como ya se explicó, el rango de las inclinaciones α de los bordes de grano es diferente para cada bicristal dada la aleatoriedad de la unión de los granos en su etapa de crecimiento.

Para detalle de la forma individual de cada perfil se puede ver el Apéndice B y para detalle de los valores de la energía se puede ver el Apéndice C.

De las múltiples muestras bicristalinas $\langle 0001 \rangle / \varphi$ sembradas, se seleccionaron aquellas tal que su desorientación φ fuese cercana a las desorientaciones especiales [23] mostradas en la Tabla 1.

Los valores obtenidos de γ_{bg}/γ_s para los distintos bicristales $\langle 0001 \rangle / \varphi$ medidos cerca del punto de fusión a $T = (-5,0 \pm 0,1) \text{ } ^\circ\text{C}$ se muestran en la Figura 3.14; y lejos del punto de fusión con $T = (-18,0 \pm 0,1) \text{ } ^\circ\text{C}$ se muestran en la Figura 3.15. Se puede ver que dentro del error experimental $\gamma_{bg}/\gamma_s < 0,05$ cerca del punto de fusión (Figura 3.14). Para el caso particular de $T = -5 \text{ } ^\circ\text{C}$, no se encontró dependencia de γ_{bg}/γ_s con el ángulo de inclinación α para las desorientaciones estudiadas. Esto sugiere entonces que las estructuras del borde de grano podrían ser similares a temperaturas cercanas al punto de fusión ($T = 0 \text{ } ^\circ\text{C}$).

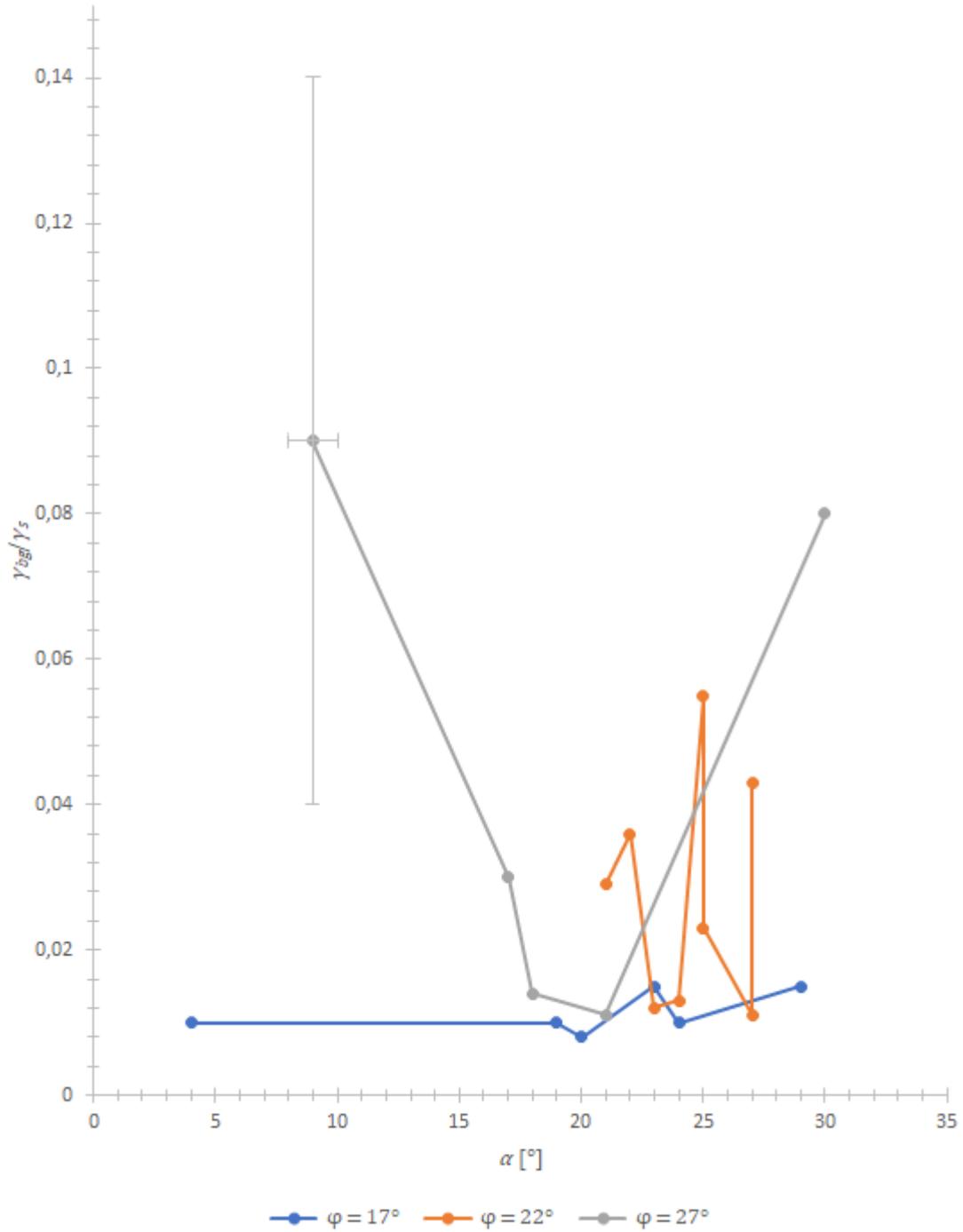


Figura 3.14. Energía relativa superficial de borde de grano para bicristales $\langle 0001 \rangle / \varphi$ de hielo puro, medida experimentalmente para $T = -5$ °C. La incerteza para todos los puntos del gráfico se indica en el primer par ordenado de la medición correspondiente a $\varphi = 27^\circ$. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”).

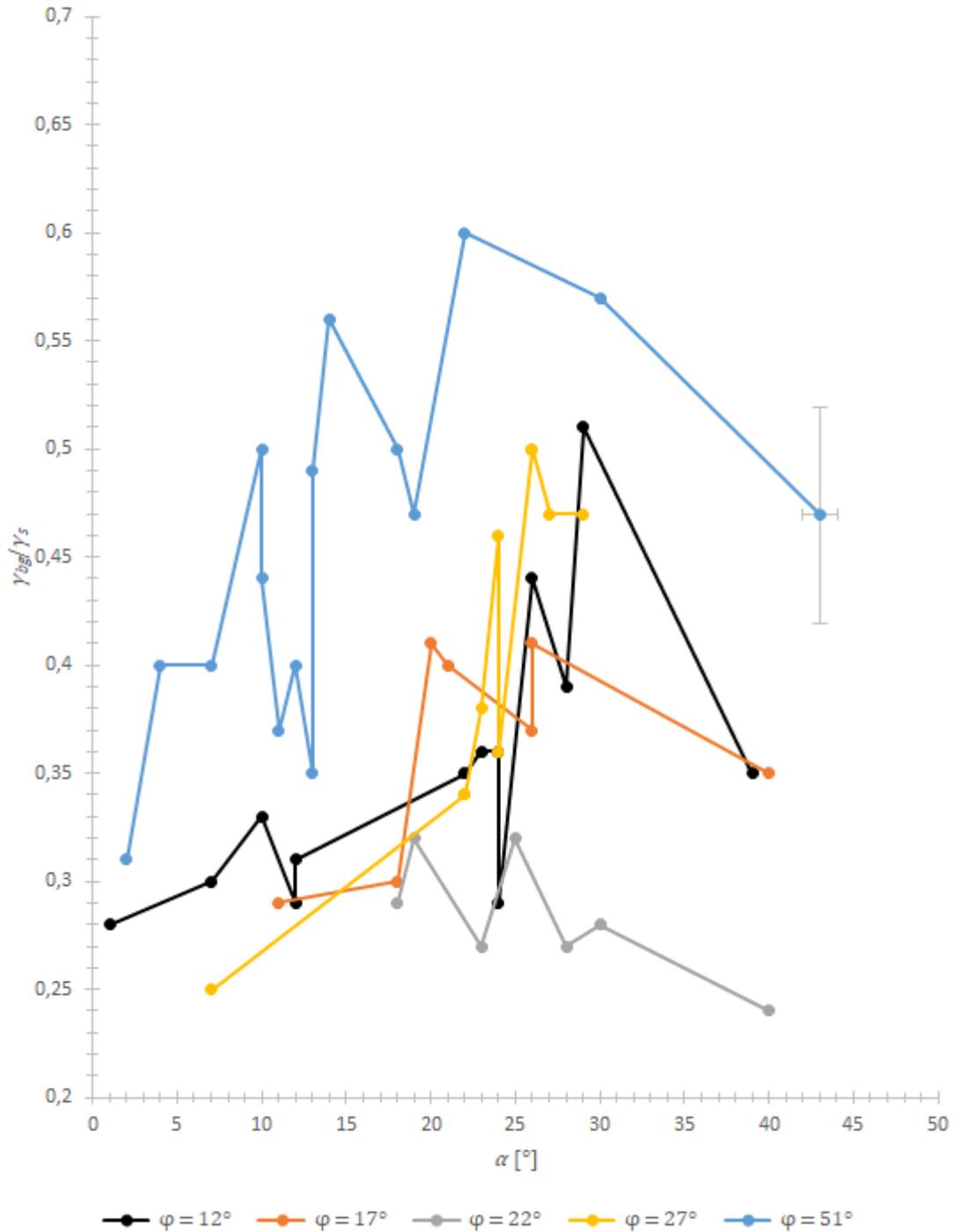


Figura 3.15. Energía relativa superficial de borde de grano para bicristales $\langle 0001 \rangle / \varphi$ de hielo puro, medida experimentalmente para $T = -18^\circ\text{C}$. La incerteza para todos los puntos del gráfico se indica en el último par ordenado de la medición correspondiente a $\varphi = 51^\circ$. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”).

Las muestras estudiadas estuvieron en un ambiente con baja presión de agua debido a la presencia del sílica gel activado [79]. Boinovich y otros encontraron que la energía superficial hielo-vapor es de $(98,8 \pm 0,4) \text{ mJ/m}^2$ para $T = -18^\circ\text{C}$ [62], y previamente Ketchman y Hobbs encontraron que este valor es de $(109 \pm 0,3) \text{ mJ/m}^2$ para $T = 0^\circ\text{C}$ [83]. Por lo que podemos ver que la

energía superficial γ_s varía menos del 10% para $-18\text{ °C} < T < 0\text{ °C}$. A partir de esto y de la Figura 3.14, se ve que $\gamma_{bg} \ll \gamma_s$ para $T = -5\text{ °C}$. Este comportamiento fue también encontrado en muestras de hielo para otras orientaciones cristalinas [30] [42].

Druetta [71] encontró que $0,1 < \gamma_{bg}/\gamma_s < 1,0$ para bicristales $\langle 10\bar{1}0 \rangle/60^\circ$ para $T = -5\text{ °C}$; y de la Figura 3.8 se ve que en general $0,1 < \gamma_{bg}/\gamma_s < 0,6$ para bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ cuando $T = -5\text{ °C}$. De la Figura 3.14 se observa que γ_{bg}/γ_s es un orden de magnitud menor para bicristales $\langle 0001 \rangle/\varphi$ que para los bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ a $T = -5\text{ °C}$.

Al igual que los resultados mostrados en la Figura 3.8, Suzuki y Kuroiwa [15] encontraron que el comportamiento de γ_{bg}/γ_s variaba poco con la desorientación cristalina para bicristales $\langle 0001 \rangle/\varphi$ a $T = -5\text{ °C}$. Ellos encontraron también que γ_{bg}/γ_s era menor para otras desorientaciones cristalinas. Sin embargo, los valores experimentales de γ_{bg}/γ_s obtenidos por Suzuki y Koroiiwa no pueden ser comparados con los presentados en esta tesis, porque las superficies de hielo en ambos trabajos presentan condiciones físicas diferentes. Suzuki y Koroiiwa mantuvieron sus muestras en un ambiente saturado de vapor de agua, mientras que en las mediciones presentadas aquí se trabajó con una atmósfera subsaturada.

Para el caso de $T = -18\text{ °C}$, presentado en la Figura 3.15; los valores de γ_{bg}/γ_s presentan variaciones con la inclinación del borde de grano para todas las desorientaciones cristalinas. También se ve que $\gamma_{bg}/\gamma_s < 0,6$, indicando que la energía del borde de grano es menor que la energía superficial del hielo a esta temperatura. Los valores de γ_{bg}/γ_s para los bordes de grano en la zona simétrica ($\alpha \sim 0^\circ$) son menores que los valores obtenidos para los bordes de grano asimétricos de la misma desorientación φ .

Druetta y col. [30] reportaron $0,2 < \gamma_{bg}/\gamma_s < 1,6$ para $\langle 10\bar{1}0 \rangle/60^\circ$ para $T = -18\text{ °C}$. En la Figura 3.11 se observa $0,2 < \gamma_{bg}/\gamma_s < 1,5$ para $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ para $T = -18\text{ °C}$. En ambos casos (i.e. $\langle 10\bar{1}0 \rangle/\varphi$ y $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$) se observa para el caso de los bicristales prismáticos, la variación de γ_{bg}/γ_s es mayor que para el plano basal (i.e. $\langle 0001 \rangle/\varphi$). Se observa también que, para $T = -18\text{ °C}$, se tiene que γ_{bg}/γ_s sobre el plano basal es menos de la mitad que para los planos prismáticos para las diferentes desorientaciones φ .

De la Figura 3.14 se nota que γ_{bg} no depende de la desorientación cristalina para temperaturas cercanas al punto de fusión, mientras que la dependencia con la desorientación cobra significancia para $T = -18\text{ °C}$ (Figura 3.15). Además, como se dijo anteriormente, γ_s no presenta cambios significativos con T . Se puede entonces concluir que la estructura del borde de grano cambia considerablemente con T .

Para la aplicación del modelo de facetas (MF) notamos que la Tabla 1 presenta los índices de Miller de los planos simétricos 01 y 02, así como las densidades Γ_{01} y Γ_{02} en esos planos respectivamente [23]. La celda unidad CSL de la desorientación cristalina llamada especial es un paralelepípedo regular (Figura 1.15). Cuando un borde de grano coincide con la cara de una celda perpendicular al plano (0001), los planos cristalinos a ambos lados del borde de grano son planos equivalentes. Por ejemplo, un borde de grano localizado sobre

una de las caras de la celda (plano asimétrico 2) para $\langle 0001 \rangle / 13,17^\circ$ está formada por los planos $\{\bar{5}230\}$ y $\{\bar{5}320\}$ de cada uno de los granos que forman el bicristal. Adicionalmente, la densidad del plano 2 es de 0,2294 y entre los planos simétricos 01 y 02 se tiene $\alpha = 60^\circ$ (Tabla 4).

El MF establece que hay una estructura de escalones o facetas para planos de alta densidad planar Γ de red de sitios de coincidencia en un borde de grano asimétrico. Las facetas pueden ser de dos planos simétricos 01 y 02 [42].

El valor de γ_{bg}/γ_s puede ser proporcional [23] [30] al parámetro $1/\Gamma$ para bordes de grano asimétricos, que se obtiene modificando la ecuación (5) y considerando γ_s isotrópica. De esta manera se tiene:

$$\frac{1}{\Gamma} = \frac{1}{\Gamma_{01}} \left[\cos(\alpha) - \sin(\alpha) \frac{\cos(\delta)}{\sin(\delta)} \right] + \frac{1}{\Gamma_{02}} \frac{\sin(\alpha)}{\sin(\delta)} \quad (33)$$

Recordando que δ es el ángulo que forman los planos simétricos o caras de la celda CSL (Figura 1.15). En el caso de las redes CSL del hielo cuando el eje de rotación es $\langle 0001 \rangle$ se tiene que $\delta = 30^\circ$. Para el caso de los ejes $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ y $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, se tiene que $\delta = 90^\circ$. Mientras que el ángulo α es el que forma el BG con uno de los planos simétricos de la celda CSL, que puede ser elegido como el más denso de los sitios de coincidencia. En nuestro esquema de la Figura 1.15 se representa con el plano 01.

La Figura 3.16 a la Figura 3.20 muestran la superposición del modelo de facetas con los datos experimentales de γ_{bg}/γ_s en función de la inclinación para $T = -5^\circ\text{C}$ y $T = -18^\circ\text{C}$. Las variables Γ_{01} y Γ_{02} fueron extraídas de la Tabla 4 y puede notarse que $\Gamma_{01} = \Gamma_{02}$.

Lejos del punto de fusión ($T = -18^\circ\text{C}$), la ecuación (33) presenta un máximo para los cristales $\langle 0001 \rangle / \varphi$ cuando $\alpha_M = 30^\circ$ porque $\delta = 60^\circ$ y $\Gamma_1 = \Gamma_2$. La inclinación α_{eM} sobre la que se encuentra el máximo de γ_{bg}/γ_s medido experimentalmente, es similar a la inclinación α_M que se predice teóricamente (Tabla 4). Para los casos donde la inclinación α lograda experimentalmente no alcanza el valor para el que γ_{bg}/γ_s es máximo se determinó una cota mínima. La falta de resolución experimental para los bajos valores de γ_{bg}/γ_s a $T = -5^\circ\text{C}$, no permite discernir si el modelo MF aplica a esa temperatura.

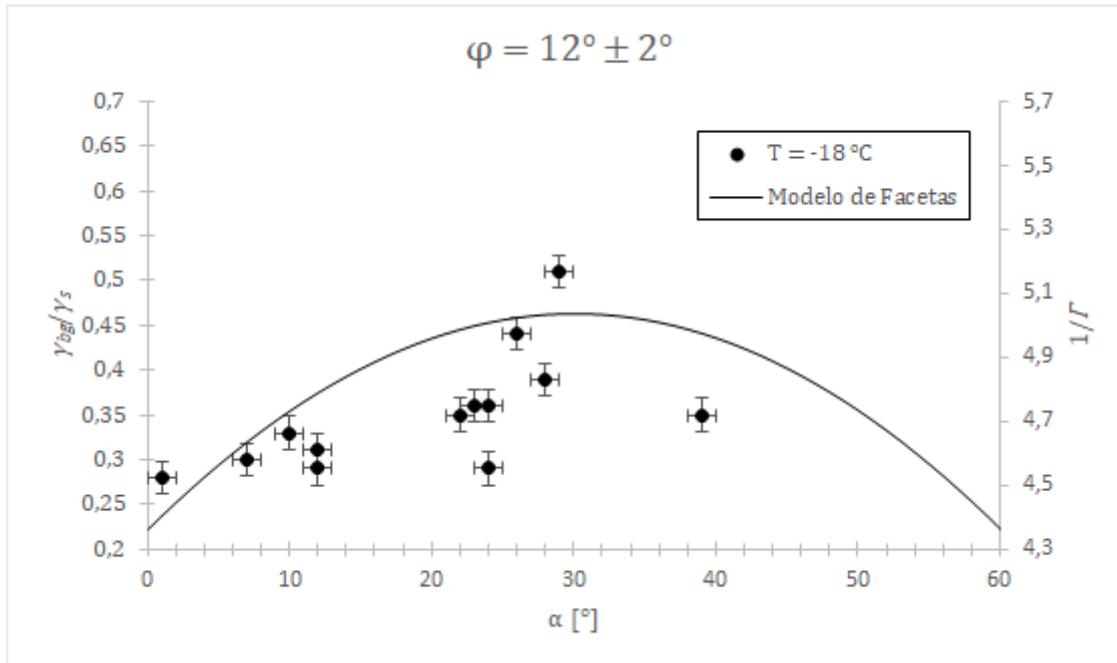


Figura 3.16. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro $\langle 0001 \rangle / 12^\circ$ para diferentes inclinaciones α a $T = -18^\circ\text{C}$. La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (33) con los parámetros de la Tabla 4. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección "Medición de la energía relativa superficial del BG").

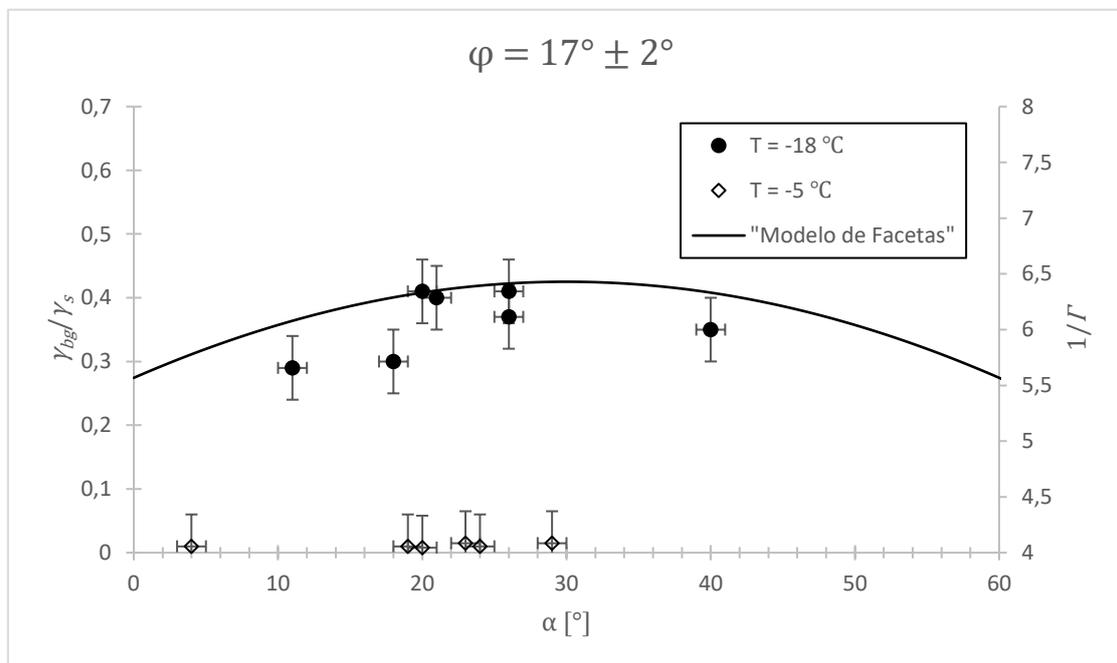


Figura 3.17. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro $\langle 0001 \rangle / 17^\circ$ para diferentes inclinaciones α a $T = -18^\circ\text{C}$ y a $T = -5^\circ\text{C}$. La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (33) con los parámetros de la Tabla 4. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección "Medición de la energía relativa superficial del BG").

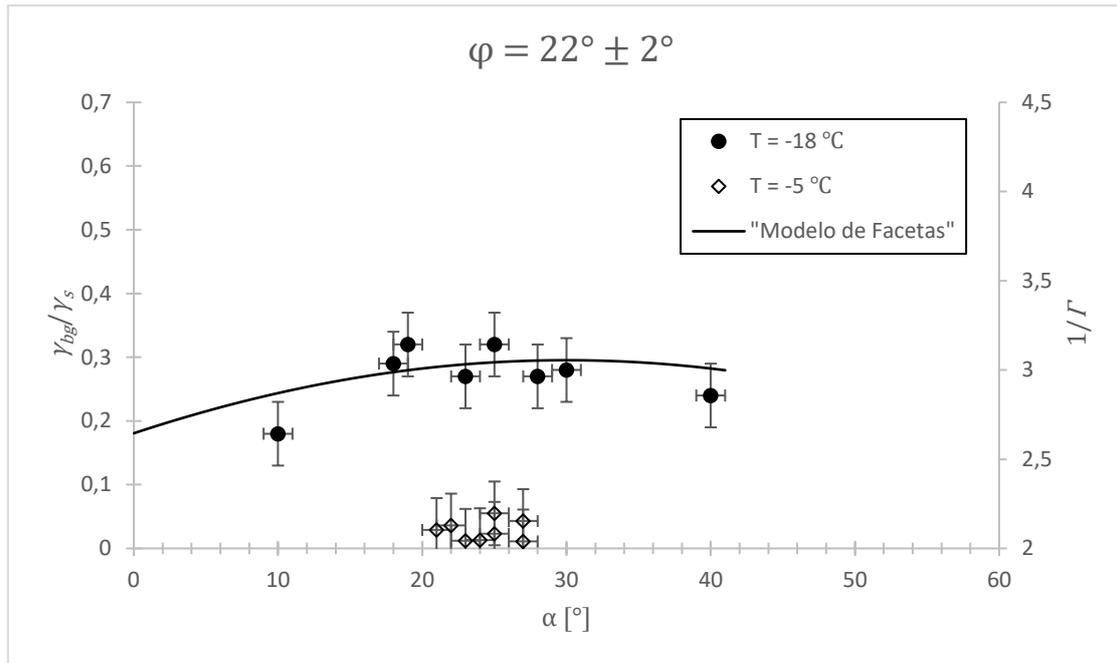


Figura 3.18. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro $\langle 0001 \rangle / 17^\circ$ para diferentes inclinaciones α a $T = -18^\circ\text{C}$ y a $T = -5^\circ\text{C}$. La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (33) con los parámetros de la Tabla 4. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección "Medición de la energía relativa superficial del BG").

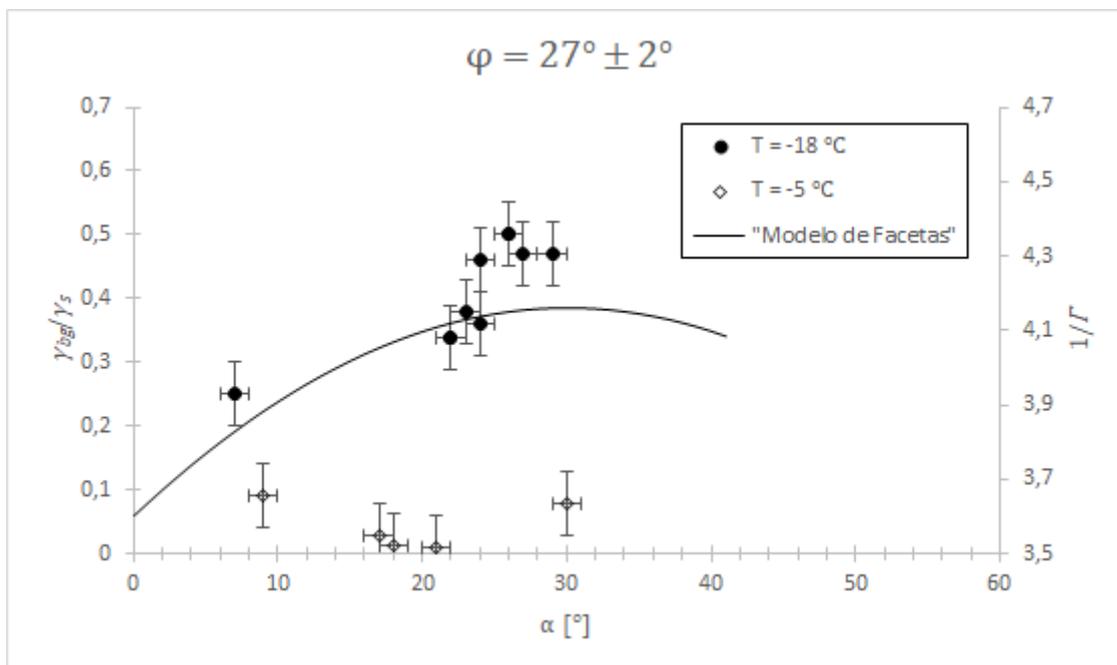


Figura 3.19. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro $\langle 0001 \rangle / 27^\circ$ y $\langle 0001 \rangle / 29^\circ$ para diferentes inclinaciones α a $T = -18^\circ\text{C}$ y a $T = -5^\circ\text{C}$. La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (33) con los parámetros de la Tabla 4. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección "Medición de la energía relativa superficial del BG").

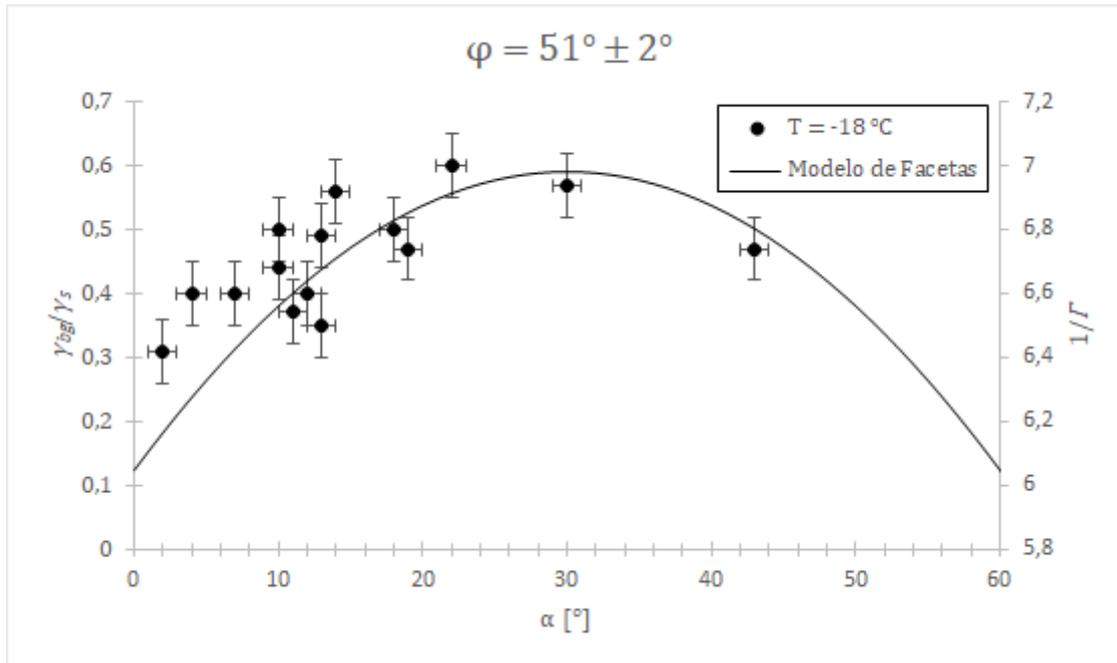


Figura 3.20. Valores de energía relativa de muestras bicristalinas de hielo puro $\langle 0001 \rangle / 52^\circ$ para diferentes inclinaciones α a $T = -18^\circ\text{C}$. La línea continua corresponde a la representación gráfica de la ecuación (33) con los parámetros de la Tabla 4. Cada punto del gráfico es el valor promedio de γ_{bg}/γ_s sobre cinco perfiles en una zona dada (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”).

Tabla 4.

Índices de Miller para los planos simétricos 01 y 02 y las densidades Γ_{01} y Γ_{02} para las desorientaciones cristalinas $\langle 0001 \rangle / \varphi$ (Tabla 1). Los valores experimentales de desorientación cristalina φ_e y α_{eM} (la posición experimental del máximo). Las densidades están expresadas en unidades de ac , donde a y c son los parámetros de red del hielo Ih ($a = 4,5169 \text{ \AA}$ y $c = 7,3761 \text{ \AA}$) [84].

| φ | Plano simétrico 01 | Plano simétrico 02 | φ_e | α_{eM} | α_M |
|-----------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|------------------------|------------|
| 13,17° | $\frac{\{\bar{3}5\bar{2}0\}}{\{\bar{2}5\bar{3}0\}}$ $\Gamma_{01} = 0,2294$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{5}230\}}{\{\bar{5}320\}}$ $\Gamma_{02} = 0,2294$ $\alpha = 60^\circ$ | $12^\circ \pm 2^\circ$ | $30^\circ \pm 1^\circ$ | 30° |
| 17,90° | $\frac{\{\bar{6}510\}}{\{\bar{5}6\bar{1}0\}}$ $\Gamma_{01} = 0,1796$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{5}\bar{1}60\}}{\{\bar{6}150\}}$ $\Gamma_{02} = 0,1796$ $\alpha = 60^\circ$ | $17^\circ \pm 2^\circ$ | $30^\circ \pm 1^\circ$ | 30° |
| 21,79° | $\frac{\{\bar{2}3\bar{1}0\}}{\{\bar{1}3\bar{2}0\}}$ $\Gamma_{01} = 0,3780$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{3}120\}}{\{\bar{3}210\}}$ $\Gamma_{02} = 0,3780$ $\alpha = 60^\circ$ | $22^\circ \pm 2^\circ$ | $30^\circ \pm 1^\circ$ | 30° |
| 27,80° | $\frac{\{\bar{4}310\}}{\{\bar{3}4\bar{1}0\}}$ $\Gamma_{01} = 0,2774$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{3}140\}}{\{\bar{4}130\}}$ $\Gamma_{02} = 0,2774$ $\alpha = 60^\circ$ | $27^\circ \pm 2^\circ$ $29^\circ \pm 2^\circ$ | $> 25^\circ$ | 30° |
| 50,57° | $\frac{\{\bar{7}430\}}{\{\bar{4}7\bar{3}0\}}$ $\Gamma_{01} = 0,1644$ $\alpha = 0^\circ$ | $\frac{\{\bar{4}370\}}{\{\bar{7}340\}}$ $\Gamma_{02} = 0,1644$ $\alpha = 60^\circ$ | $51^\circ \pm 2^\circ$ | $30^\circ \pm 1^\circ$ | 30° |

4 Conclusiones

4.1 Observación directa de la evolución del surco del borde de grano en hielo puro mediante microscopio óptico

Se ha desarrollado un método para poder estudiar la formación del surco del BG e identificar el mecanismo físico que lo produce. Mullins [43] determinó que en el caso de que la muestra sufriera evaporación-condensación, el ancho se comporta siguiendo una ecuación similar a la ecuación (18), pero con un exponente igual a $1/2$ y en otro trabajo [48], el mismo autor determinó que el exponente por difusión volumétrica era $1/3$. Robertson, W. M [85] presentó la evolución del ancho del surco por diferentes mecanismos de transporte y cada uno responde a una ley similar a la dada por la ecuación (18) pero con diferentes exponentes.

En este trabajo la muestra de hielo fue colocada en aceite de siliconas ultrapuro a fin de evitar la evaporación-condensación y el mecanismo de transporte dominante fue la difusión superficial (Figura 3.1). Sin embargo, la muestra puede ser estudiada en otras condiciones físicas y de esta manera poder identificar el proceso de transporte por el simple análisis del exponente.

En nuestro experimento la desorientación cristalina del bicristal no fue determinada, sin embargo es posible que el coeficiente de difusión pueda depender de esta variable.

4.2 Evolución de la forma del surco del borde de grano: observación directa del borde de grano en la superficie del hielo puro

Se observó de forma directa el proceso de evolución de un surco de borde de grano sobre la superficie del hielo durante un intervalo cercano a las 3 horas. A lo largo de este tiempo, se mapeó tridimensionalmente mediante microscopía confocal láser (Figura 3.3) las formas adoptadas por la cavadura como función del tiempo (Figura 3.4 y Figura 3.5), con resultados acordes a la curva correspondiente a $p_c \gg 1$ del modelo de la ecuación (24).

En particular, se midió la evolución temporal de la profundidad del surco (Figura 3.6), y al cotejarla con el modelo teórico se concluyó que la difusión gaseosa es el proceso dominante en el cavado sobre el borde de grano; en concordancia con lo reportado en Di Prinzio y col. [86]. Así mismo, también se ve que el coeficiente de difusión gaseosa que mejor ajusta a las mediciones es el que reporta Pruppacher [87].

4.3 Energía relativa de borde de grano en muestras $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$

Se presentó la energía relativa superficial del BG (γ_{bg}/γ_s) para bicristales de hielo puro con diferentes desorientaciones $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$ y diferentes inclinaciones

de borde de grano a $T = (-5,0 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$ y $T = (-18,0 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$ (Figura 3.7 a Figura 3.13). Los datos experimentales obtenidos proveen información acerca de la naturaleza del BG en hielo puro y puede ser usada en modelos de crecimiento de grano, difusión de contaminantes, interacción de burbujas con el BG, entre otros; para un mejor entendimiento de los procesos físicos del hielo polar y su consecuente extrapolación a la paleontoclimatología. Se puede concluir que:

El coeficiente γ_{bg}/γ_s en los bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ depende de la desorientación y de la inclinación del BG.

La variabilidad de γ_{bg}/γ_s es mayor a $T = -18 \text{ }^\circ\text{C}$ que a $T = -5 \text{ }^\circ\text{C}$.

Para BG asimétricos se ve que γ_{bg}/γ_s es mayor que para BG simétricos a $T = -18 \text{ }^\circ\text{C}$.

Se observan mayores valores de γ_{bg}/γ_s a $T = -18 \text{ }^\circ\text{C}$ que a $T = -5 \text{ }^\circ\text{C}$.

Los BG asimétricos pueden ser modelados acorde al modelo de redes de sitios de coincidencia (CSL) y al modelo de facetas (MF).

La implementación del modelo MF para describir γ_{bg}/γ_s permite resaltar la aplicación de la teoría CSL en los BG del hielo.

4.4 Energía relativa de borde de grano en muestras $\langle 0001 \rangle/\varphi$

Se presentó la energía relativa superficial del borde de grano para bicristales con diferentes desorientaciones $\langle 0001 \rangle/\varphi$ y diferentes inclinaciones de borde de grano a $T = (-5,0 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$ y $T = (-18,0 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$ (Figura 3.14 a Figura 3.20). Se puede concluir que:

La variabilidad de γ_{bg}/γ_s con la desorientación cristalina y la inclinación del borde de grano a $T = -5 \text{ }^\circ\text{C}$ no fue apreciable, pero sí en cambio para $T = -18 \text{ }^\circ\text{C}$.

El borde de grano presenta valores de γ_{bg}/γ_s mayores a $T = -18 \text{ }^\circ\text{C}$ que a $T = -5 \text{ }^\circ\text{C}$.

Los bordes de grano asimétricos pueden ser modelados usando el modelo de redes de sitios de coincidencia (CSL) y el modelo de facetas (MF). El valor de la inclinación, para el que γ_{bg}/γ_s presenta un máximo a $T = -18 \text{ }^\circ\text{C}$, se localiza en bordes de grano asimétricos y es $\alpha_{eM} \sim 30^\circ$. Este valor se condice con el valor α_M predicho por el modelo MF.

La implementación del modelo MF para describir la energía relativa del borde de grano γ_{bg}/γ_s permite una vez más resaltar la importancia de la aplicación de la teoría CSL en el hielo [31] [32].

Se observa que la energía relativa del borde de grano γ_{bg}/γ_s para bicristales $\langle 0001 \rangle/\varphi$ a una dada temperatura es menor que para los bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ y $\langle 10\bar{1}0 \rangle/\varphi$ a esa misma temperatura.

4.5 Técnicas de laboratorio desarrolladas

Experimentalmente, las muestras de bajo punto de fusión son difíciles de estudiar dadas las especificaciones técnicas de los equipos de laboratorio estándar. En este trabajo se presentaron diferentes técnicas de medición directa e indirecta para la superficie del hielo (extensibles a otros materiales de bajo punto de fusión).

Se desarrolló un método para la medición del coeficiente de difusión superficial del hielo extensibles a otras condiciones de la muestra (e.g. hielo sometido a diferentes contaminantes, o materiales de bajo punto de fusión, etc.); como también extensible a otras condiciones ambientales a las que la muestra esté sometida (e.g. diferentes temperaturas, presiones, etc.). El arreglo experimental fue realizado en presencia de aceite de silicona para garantizar que la difusión sea puramente superficial; pero es extensible a muestras en presencia de su vapor. El método si bien presentó un error significativo ($\pm 30\%$), puede mejorarse ostensiblemente con una lente de mayor aumento y mayor distancia focal.

Se desarrolló un método para la observación directa de la geometría del borde de grano en hielo mediante microscopía confocal. Este método también es extensible a otras condiciones de muestra y ambientales, como se mencionó en el párrafo anterior. La gran ventaja que presenta la microscopía confocal láser sobre la microscopía óptica es el mapeo tridimensional de la superficie para su estudio. Esta técnica experimental también puede ser mejorada mediante el uso de lentes de mayor aumento y distancia focal. La exposición de la muestra al ambiente en el traspaso a la celda fría es un problema pendiente de mejora.

Respecto a la medición de la energía relativa superficial de borde de grano en hielo puro, eje central de este trabajo, no hubo mayores desarrollos. Esta técnica ya fue ampliamente desarrollada por Druetta y Di Prinzio [71]. Aunque pudieron hacerse mejoras menores destinadas a una mayor durabilidad de las muestras; como también el crecimiento de bicristales con un gran abanico de inclinaciones de borde de grano. La técnica empleada si bien ya cubrió las principales desorientaciones tilt para borde de grano, puede extenderse a las de tipo twist. También quedan pendientes las mediciones de energía en bicristales con un espectro mucho más amplio de inclinaciones.

4.6 Trabajos a futuro

En este trabajo se presentan resultados para hielo puro, pero las técnicas empleadas pueden ser aplicadas sobre muestras contaminadas.

El método empleado en la determinación del coeficiente de difusión superficial puede ser empleado sobre hielo en diferentes condiciones. También puede emplearse sobre diferentes materiales de bajo punto de fusión.

Con una mayor resolución en la microscopía confocal y un control absoluto de las condiciones ambientales de la muestra; se puede tabular la energía absoluta del borde de grano de los bicristales.

La técnica empleada en este trabajo para la medición de la energía relativa de borde de grano ya cubrió las principales desorientaciones tilt; pero puede extenderse a las de tipo twist. También quedan pendientes las mediciones de energía en bicristales con un espectro mucho más amplio de inclinaciones.

Referencias

- [1] J. P. Abbatt, «Interactions of atmospheric trace gases with ice surfaces: Adsorption and reaction,» *Chemical reviews*, vol. 103, nº 12, pp. 4783-4800, 2003.
- [2] E. J. Dlugokencky y A. R. Ravishankara, «Laboratory measurements of direct ozone loss on ice and doped-ice surfaces,» *Geophysical research letters*, vol. 19, nº 1, pp. 41-44, 1992.
- [3] D. Iliescu, D. Cullen, C. Muscat y I. Baker, «Structure Chemistry and Properties of Grain Boundary in H₂SO₄-Doped Ice,» *Microscopy and Microanalysis*, vol. 8, nº S02, pp. 1544-1545, 2002.
- [4] D. Cullen y I. Baker, «Observation of impurities in ice,» *Microscopy Research and Technique*, vol. 55, nº 3, pp. 198-207, 2001.
- [5] O. B. Nasello, C. L. Di Prinzio y P. G. Guzmán, «Grain boundary properties of ice doped with small concentrations of potassium chloride (KCl),» *Journal of Physics*, vol. 19, nº 24, p. 246218, 2007.
- [6] O. B. Nasello y C. L. Di Prinzio, «Anomalous effects of hydrostatic pressure on ice surface self-diffusion,» *Surface Science*, vol. 605, nº 11-12, pp. 1103-1105, 2011.
- [7] A. Brumberg, K. Hammonds, I. Baker, E. Backus, P. Bisson, M. Bonn, C. Daghljan, M. Mezger y M. Shultz, «Single-crystal Ih ice surfaces unveil connection between macroscopic and molecular structure,» *PNAS*, vol. 114, nº 21, pp. 5349-5354, 2017.
- [8] V. Petrenko y R. Whitworth, *Physics of Ice*, New York: Oxford University Press Inc., 2002.
- [9] L. Pauling, «The Structure and Entropy of Ice and of Other Crystals with Some Randomness of Atomic Arrangement,» *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 57, nº 12, p. 2680-2684, 1935.
- [10] R. Alley, «Flow-law hypotheses for ice sheet modeling,» *Journal of Glaciology*, vol. 38, nº 129, pp. 245-256, 1992.
- [11] M. Yoshitake, D. Nagahama, H. Itahara, T. Tani, S. Woojin y K. Kunihiro, «Thermoelectric Performance of Bi- and Na-Substituted Ca₃Co₄O₉ Improved Through Ceramic Texturing,» *Journal of Materials Chemistry*, vol. 13, nº 5, pp. 1094-1099, 2003.
- [12] P. Barnes, E. Wolff, D. Mallard y H. Mader, «SEM Studies of the Morphology and Chemistry of Polar Ice,» *Microscopy research and technique*, vol. 62, nº 1, pp. 62-69, 2003.
- [13] B. Runnels, *A model for energy and morphology of crystalline grain boundaries with arbitrary geometric character (PhD Thesis)*, Pasadena, California, United States of America: Division of Engineering and Applied Science - California Institute of Technology, 2015.

- [14] D. Stoler Flores, "Modelo de Energía para Borde de Grano Asimétrico", segundo seminario de doctorado, Córdoba, 2021.
- [15] S. Suzuki y D. Kuroiwa, «Grain-boundary energy and grain-boundary groove angles in ice,» *J. Glaciol*, vol. 11, nº 62, pp. 265-277, 1972.
- [16] U. Dahmen, «Phase Transformations, Crystallographic Aspects,» de *Encyclopedia of Physical Science and Technology (Third Edition)*, R. A. Meyers, Ed., Academic Press, 2003, pp. 821-853.
- [17] J. Glenn, «The Effect of Hydrogen Disorder on Dislocation Movement and Plastic Deformation of Ice,» *Physik der kondensierten Materie*, vol. 7, p. 43–51, 1968.
- [18] A. C. Shi, C. Rottman y Y. He, «Calculation of energy of low-angle grain boundaries,» *Philosophical Magazine A*, vol. 55, nº 4, pp. 499-511, 1986.
- [19] C. L. Johnson, M. J. Hÿtch y R. Buseck, «Nanoscale waviness of low-angle grain boundaries,» *PNAS*, vol. 101, nº 52, pp. 17936-17939, 2004.
- [20] X. Zhu y Y. Xiang, «Continuum framework for dislocation structure, energy and dynamics of dislocation arrays and low angle grain boundaries,» *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 69, pp. 175-194, 2014.
- [21] J. Park y A. Walsh, «Modelling Grain Boundaries in Polycrystalline Halide Perovskite Solar Cells,» *Annual Review of Condensed Matter Physics*, vol. 12, pp. 95-109, 2021.
- [22] W. Wagner y R. Balluffi, «Faceting of high-angle grain boundaries in the coincidence lattice,» *Philosophical Magazine*, vol. 29, nº 4, pp. 895-904, 1974.
- [23] B. Gonzalez Kriegel, C. Di Prinzio y O. Nasello, «Exact Coincidence Site Lattice in Ice Ih,» *J. Phys. Chem. B*, vol. 101, pp. 6243-6246, 1997.
- [24] V. Randle, «Relationship between coincidence site lattice, boundary plane indices, and boundary energy in nickel,» *Materials Science and Technology*, vol. 15, nº 3, pp. 246-252, 1999.
- [25] D. An, T. Griffiths, P. Konijnenberg, S. Mandal, Z. Wang y S. Zaeffer, «Correlating the five parameter grain boundary character distribution and the intergranular corrosion behaviour of a stainless steel using 3D orientation microscopy based on mechanical polishing serial sectioning,» *Acta Materialia*, vol. 156, pp. 297-309, 2018.
- [26] A. Sutton y R. Balluffi, «On geometric criteria for low interfacial energy,» *Acta Metall.*, vol. 35, pp. 2177-2201, 1987.
- [27] D. Brandon, B. Ralph, S. Ranganathan y M. Wald, «A field ion microscope study of atomic configuration at grain boundaries,» *Acta Metall.*, vol. 12, pp. 813-821, 1964.
- [28] D. Saylor, B. El Dasher, A. Rollet y G. Roher, «Distribution of grain boundaries in aluminum as a function of five macroscopic parameters,» *Acta Mater.*, vol. 52, pp. 3649-3655, 2004.

- [29] P. Goodhew, T. Tan y R. Balluffi, «Low energy planes for tilt grain boundaries in gold,» *Acta Metall.*, vol. 26, pp. 557-567, 1978.
- [30] E. Druetta, O. Nasello y C. Di Prinzio, «Experimental Determination of $\langle 1\ 0\ 1\ 0 \rangle/\psi$ Tilt Grain Boundary Energies in Ice,» *Journal of Materials Science Research*, vol. 3, nº 1, pp. 69-76, 2013.
- [31] T. Kobayashi y T. Ohtake, «Hexagonal twin prisms of ice,» *Journal of Atmospheric Sciences*, vol. 31, nº 5, pp. 1377-1383, 1974.
- [32] T. Hondoh y A. Higashi, «Anisotropy of migration and faceting of large-angle grain boundaries in ice bicrystals,» *Philosophical Magazine A*, vol. 39, nº 2, pp. 137-149, 1978.
- [33] C. Di Prinzio y O. Nasello, «Study of grain boundary motion in ice bicrystals,» *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 101, nº 39, pp. 7687-7690, 1997.
- [34] P. V. Nerikar, K. Rudman, T. G. Desai, D. Byler, C. Unal, J. McClellan, S. R. Phillpot, S. B. Sinnott, P. Peralta, B. P. Uberuaga y C. R. Stanek, «Grain boundaries in uranium dioxide: scanning electron microscopy experiments and atomistic simulations,» *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 94, nº 6, pp. 1893-1900, 2011.
- [35] H. Sepeshri-Amin, T. Ohkubo y K. Hono, «Grain boundary structure and chemistry of Dy-diffusion processed Nd-Fe-B sintered magnets,» *Journal of Applied Physics*, vol. 107, nº 9, p. 09A745, 2010.
- [36] V. Doquet y B. Barkia, «Combined AFM, SEM and crystal plasticity analysis of grain boundary sliding in titanium at room temperature,» *Mechanics of Materials*, vol. 103, pp. 18-27, 2016.
- [37] M. Tschopp, S. Coleman y D. McDowell, «Symmetric and asymmetric tilt grain boundary structure and energy in Cu and Al (and transferability to other fcc metals),» *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*, vol. 4, p. 176-189, 2015.
- [38] M. A. Tschopp y D. L. McDowell, «Asymmetric tilt grain boundary structure and energy in copper and aluminium,» *Philosophical Magazine*, vol. 87, nº 25, pp. 3871-3892, 2007.
- [39] U. Wolf, F. Ernst, T. Muschik, M. Finnis y H. Fischmeister, «The influence of grain boundary inclination on the structure and energy of $\sigma = 3$ grain boundaries in copper,» *Philosophical Magazine A*, vol. 66, nº 6, pp. 991-1016, 1992.
- [40] L. Zhang, C. Lu y K. Tieu, «Atomistic simulation of tensile deformation behavior of $\Sigma 5$ tilt grain boundaries in copper bicrystal,» *Scientific Reports*, vol. 4, p. 5919, 2014.
- [41] T. Hondoh y A. Higashi, «X-Ray Diffraction Topographic Observations of the Large-Angle Grain Boundary in Ice Under Deformation,» *Journal of Glaciology*, vol. 21, nº 85, pp. 629-638, 1978.
- [42] C. Di Prinzio, D. Stoler, G. Aguirre Varela y E. Druetta, «Grain boundary energy in $\langle 1\ 1\ 2\ 0 \rangle/\phi$ pure ice bicrystals samples,» *Chemical Physics*, vol. 545, p. 111094, 2021.

- [43] W. Mullins, «Theory of thermal grooving,» *J. Appl. Phys.*, vol. 28, nº 3, pp. 333-339, 1957.
- [44] C. Di Prinzio, D. Stoler, P. Achával y G. Aguirre Varela, «Formas del surco del borde de grano en la superficie de hielo puro,» *Anales AFA*, vol. 31, nº 4, pp. 112-116, 2021.
- [45] V. T. Binh y P. Melinon, «On viscous mechanism for surface diffusion at high temperatures ($T/T_m > 0.75$) due to formation of a 2D dense fluid on metallic surfaces,» *Surface Science*, vol. 161, nº 1, pp. 234-244, 1985.
- [46] V. T. Binh, Y. Moulin, R. Uzan y M. Drechsler, «Grain boundary grooving under the influence of evaporation (or corrosion),» *Surface Science*, vol. 79, nº 1, pp. 133-156, 1979.
- [47] V. Y. Aristov, V. E. Fradkov y L. S. Shvindlerman, «Detachment of the migrating grain-boundary half-loop from an adsorbed impurity cloud,» *SOV. PHYS. SOL. ST.*, vol. 22, nº 6, pp. 1055-1059, 1980.
- [48] W. W. Mullins, «Grain boundary grooving by volume diffusion,» *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, vol. 218, nº 2, pp. 354-361, 1960.
- [49] W. W. Mullins y P. G. Shewmon, «The kinetics of grain boundary grooving in copper,» *Acta Metall.*, vol. 7, nº 3, pp. 163-169, 1959.
- [50] S. R. Srinivasan y R. Trivedi, «Theory of grain boundary grooving under the combined action of the surface and volume diffusion mechanisms,» *Acta Metallurgica*, vol. 21, nº 5, pp. 611-620, 1963.
- [51] K. Itagaki y T. M. Tobin, «Mass transfer along ice surfaces observed by a groove relaxation technique,» *Isotopes and Impurities in Snow and Ice*, vol. 34, pp. 34-37, 1975.
- [52] K. Itagaki y T. M. Tobin, «Mass transfer along an ice surface observed by a groove relaxation technique,» *Journal of Glaciology*, vol. 12, nº 64, pp. 121-127, 1973.
- [53] O. Nasello, S. Navarro de Juarez y C. Di Prinzio, «Measurement of self-diffusion on ice surface,» *Scr. Mater.*, vol. 56, pp. 1071-1073, 2007.
- [54] W. Ketchman y P. Hobbs, «The preferred orientation in the growth of ice from the melt,» *J. Crystal Growth*, vol. 1, nº 5, pp. 263-270, 1967.
- [55] C. L. Di Prinzio, E. Druetta y O. B. Nasello, «Effect of Temperature and Potassium Chloride Impurity on the Relative $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ Tilt Grain Boundary and Surface Free Energies in Ice,» *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 118, nº 47, pp. 13365-13370, 2014.
- [56] C. Di Prinzio y R. Pereyra, «Molecular Dynamics Simulations of $\langle 10\bar{1}0 \rangle/\psi$ Tilt grain boundaries in ice, Modell,» *Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 24, nº N4, 2016.
- [57] C. Di Prinzio, R. Pereyra, E. Druetta y O. Nasello, «Aplicación de simulación con dinámica molecular al cálculo de energía relativa de borde de grano en hielo,» *Anales de la Asociación Física Argentina*, vol. 26, nº 4, pp. 181-185, 2015.

- [58] J. Cahn y D. Hoffman, «A vector thermodynamics for anisotropic surfaces—II. Curved and faceted surfaces,» *Acta Metallurgica*, vol. 22, nº 10, pp. 1205-1214, 1974.
- [59] C. Herring y W. Kingston, *The physics of powder metallurgy.*, WE Kingston ed., New York: McGraw Hill, 1951.
- [60] H. Mykura, «The variation of the surface tension of nickel with crystallographic orientation,» *Acta Metall*, vol. 9, nº 6, pp. 570-576, 1961.
- [61] K. G. Libbrecht, «On the equilibrium shape of an ice crystal,» *arXiv preprint arXiv:1205.1452*, 2012.
- [62] L. Boinovich y A. Emelyanenko, «Experimental determination of the surface energy of polycrystalline ice,» *Doklady Physical Chemistry*, vol. 459, nº 2, pp. 198-202, 2014.
- [63] L. Klinger y E. Rabkin, «Effects of surface anisotropy on grain boundary grooving,» *Interface Sci.*, vol. 9, nº 1-2, pp. 55-63, 2001.
- [64] K. Higuchi, «A new method for recording the grain-structure of ice,» *Journal of Glaciology*, vol. 3, nº 22, pp. 131-132, 1957.
- [65] K. Higuchi y J. Muguruma, «Etching of ice crystals by the use of plastic replica film,» *Journal of the Faculty of Science, Hokkaido University*, vol. 1, nº 2, pp. 81-91, 1958.
- [66] J. Polak y P. Liškutían, «Nucleation and short crack growth in fatigued polycrystalline copper,» *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 13, nº 2, pp. 119-133, 1990.
- [67] G. Palumbo, E. M. Lehockey y P. Lin, «Applications for grain boundary engineered materials,» *JOM*, vol. 50, nº 2, pp. 40-43, 1998.
- [68] P. Druetta, P. Aguirre y S. Mussati, «Minimizing the total cost of multi effect evaporation systems for seawater desalination,» vol. 344, pp. 431-445, 2014.
- [69] O. Nasello, *Estudio de las primeras etapas del proceso de acreción (Tesis Doctoral)*, Córdoba: Facultad de Matemática, Astronomía y Física - Universidad Nacional de Córdoba, 1982.
- [70] K. Higuchi, «The etching of ice crystals,» *Acta Metallurgica*, vol. 6, nº 10, pp. 636-642, 1958.
- [71] E. Druetta, *Estudio de la energía relativa de los bordes de grano en hielo aplicando microscopía confocal 3D (tesis doctoral)*, Facultad de Matemática, Astronomía y Física - Universidad Nacional de Córdoba, 2017.
- [72] D. Stoler, E. Druetta, G. Aguirre Varela y C. Di Prinzio, «Estudio de la superficie del hielo mediante réplicas plásticas en Microscopio Confocal,» *Póster presentado en: 5to Congreso Argentino de Microscopía SAMIC*, 2018.
- [73] Olympus Corporation, «3D Measuring Laser Microscope LEXT OLS4000,» [En línea]. Available: <https://www.olympus->

ims.com/en/metrology/ols4000/#!cms%5Bfocus%5D=cmsContent12709. [Último acceso: 30 11 2021].

- [74] C. L. Di Prinzio, D. Stoler, G. A. Varela y E. Druetta, «Superficial self-diffusion coefficient in Ih-ICE,» *Czech Polar Reports*, vol. 10, nº 2, pp. 153-160, 2020.
- [75] P. V. Hobbs, *Ice physics*, Oxford university press, 1974.
- [76] Y. Gu, «Experimental determination of the Hamaker constants for solid–water–oil systems,» *Journal of Adhesion Science and Technology*, vol. 15, pp. 1263-1283, 2001.
- [77] O. B. Nasello y C. L. Di Prinzio, «Anomalous effects of hydrostatic pressure on ice surface self-diffusion,» *Surface Science*, vol. 605, pp. 1103-1105, 2011.
- [78] C. Di Prinzio, E. Druetta y O. Nasello, «Estudio de la evolución del groove en muestras de hielo bicristalino bajo condiciones de evaporación, con AFM a través de réplicas plásticas,» *Anales AFA*, vol. 23, pp. 165-170, 2013.
- [79] H. Asakawa, G. Sazaki, K. Nagashimna, S. Nakatsubo y Y. Furukawa, «Two types of quasi-liquid layers on ice crystals are formed kinetically,» *Proc. Natl. Acad. Sci.*, vol. 113, nº 7, pp. 1749-1753, 2016.
- [80] T. Cheng, D. Fang y Y. Yang, «The temperature dependence of grain boundary free energy of solids,» *J. Appl. Phys.*, vol. 123, nº 8, p. 085902, 2018.
- [81] H. Miura, M. Kato y T. Mori, «Temperature dependence of the energy of Cu [110] symmetrical tilt grain boundaries,» *J. Mater. Sci. Let.*, vol. 13, nº 1, pp. 46-48, 1994.
- [82] T. Skidmore, R. Buchheit y M. Juhas, «Grain boundary energy vs. misorientation in Inconel® 600 alloy as measured by thermal groove and OIM analysis correlation,» *Scr. Mater.*, vol. 50, nº 6, pp. 873-877, 2004.
- [83] W. Ketcham y P. Hobbs, «An experimental determination of the surface energies of ice,» *Philosophical Magazine*, vol. 19, nº 162, pp. 1161-1173, 1969.
- [84] S. La Placa y B. Post, «Thermal expansion of ice,» *Acta Crystallographica*, vol. 13, nº 6, pp. 503-505, 1960.
- [85] W. M. Robertson, «Thermal Etching and Grain Boundary Grooving Silicon Ceramics,» *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 64, nº 1, pp. 9-13, 1981.
- [86] C. L. Di Prinzio, D. Stoler, G. Aguirre Varela y M. Lado, «Ensanchamiento de un surco superficial en hielo puro,» *Anales AFA*, vol. 30, nº 2, pp. 31-35, 2019.
- [87] H. R. Pruppacher y J. D. Klett, de *Microphysics of Clouds and Precipitation*, Springer Science & Business Media, 1980, p. 155.
- [88] «Diccionario panhispánico de dudas 2005 - Real Academia Española,» 2005. [En línea]. Available: <https://www.rae.es/dpd/frízer>. [Último acceso: 18 02 2022].

Apéndice A. Perfiles de borde grano en muestras $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$

A continuación, se muestran perfiles para zonas de distintas muestras bicristalinas $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$. Cada perfil es representativo del conjunto de perfiles tomados y medidos (entre 3 y 5) en una zona para una dada inclinación α (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”). El lector podrá apreciar que en los gráficos mostrados hay valores de α repetidos sobre una misma muestra. Siendo esto debido a que se corresponden a diferentes zonas del bicristal, con diferentes α , pero que el error los hace indistinguibles. Por ejemplo, en la Figura A.1 se tiene $\alpha = -0,13^\circ$ y en la Figura A.5 se tiene $\alpha = -0,43^\circ$; ambos sobre el mismo cristal con un error de $\pm 1^\circ$ con lo que a ambos les corresponde $\alpha = 0^\circ$. El signo del ángulo α se indica negativo (o positivo) si se encuentra a la izquierda (o derecha) de la bisectriz correspondiente al simétrico. Es importante recordar que si bien todas las figuras se muestran con línea continua, las líneas de tendencia para la determinación de θ se hacen sobre puntos coordenados (no sobre las líneas de unión).

Las muestras presentadas se muestran con la desorientación experimental medida. Es decir, por ejemplo, el bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(42^\circ \pm 2^\circ)$ y el bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(39^\circ \pm 2^\circ)$ corresponden a la misma muestra. La diferencia radica en la dispersión entre dos mediciones separadas sobre el mismo bicristal. En todos los casos (salvo que se indique en la figura), el BG se encuentra en el mínimo valor más cercano a $x = 0 \mu\text{m}$:

- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(28^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.1 a Figura A.17.
- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(42^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.18 a Figura A.43.
- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(50^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.44 a Figura A.62.
- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(70^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.63 a Figura A.77.
- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(85^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.78 a Figura A.95.
- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(28^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.96 a Figura A.111.
- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(39^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.112 a Figura A.126.
- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(52^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.127 a Figura A.140.
- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(70^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.141 a Figura A.157.
- Bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle/(85^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; Figura A.158 a Figura A.171.

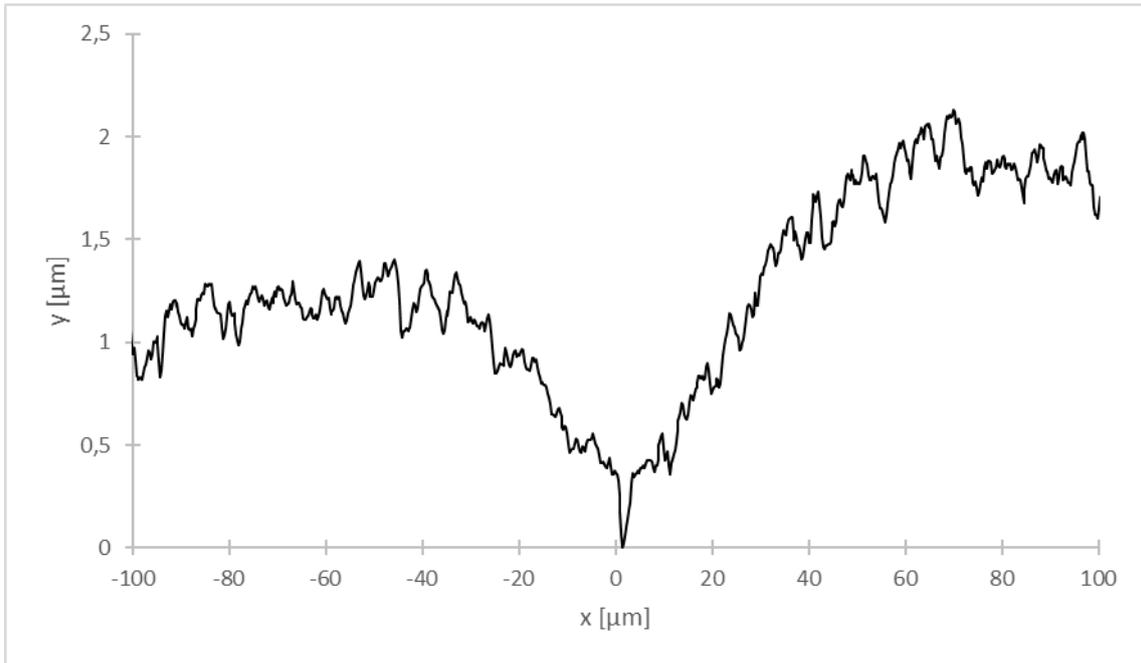


Figura A.1. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 0^\circ \pm 1^\circ$.

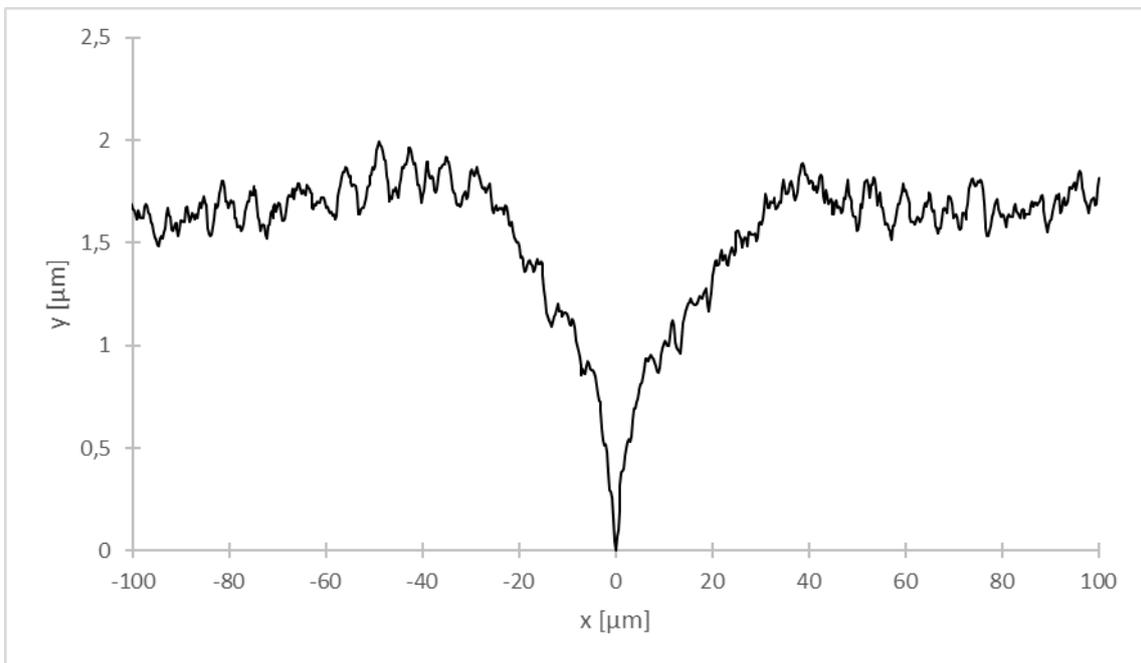


Figura A.2. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

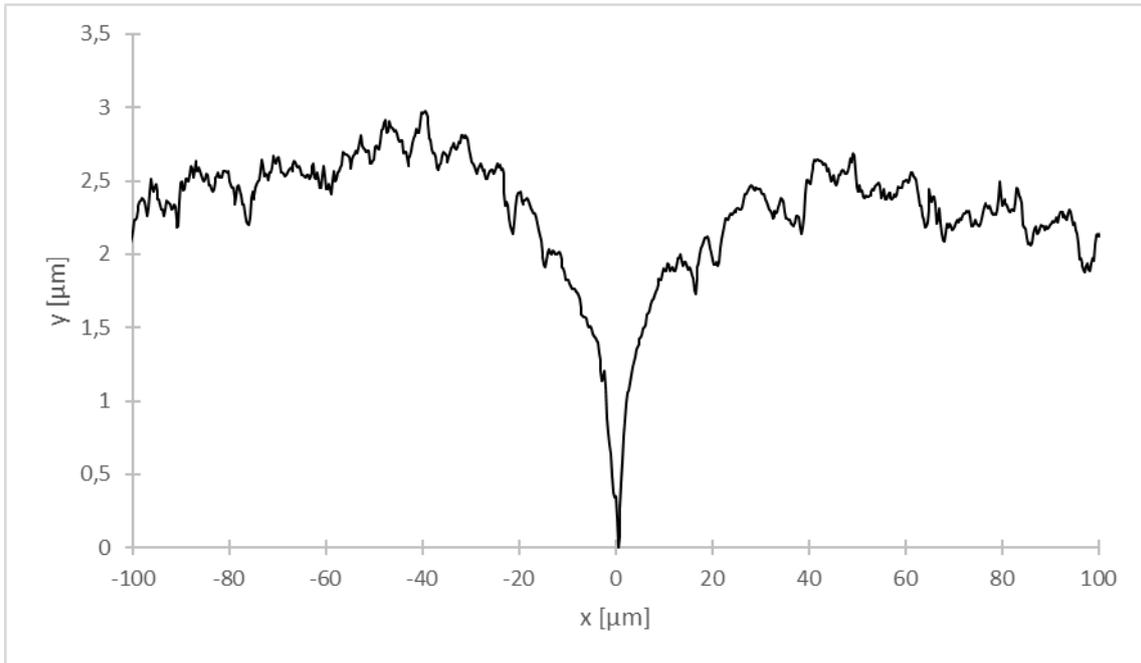


Figura A.3. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

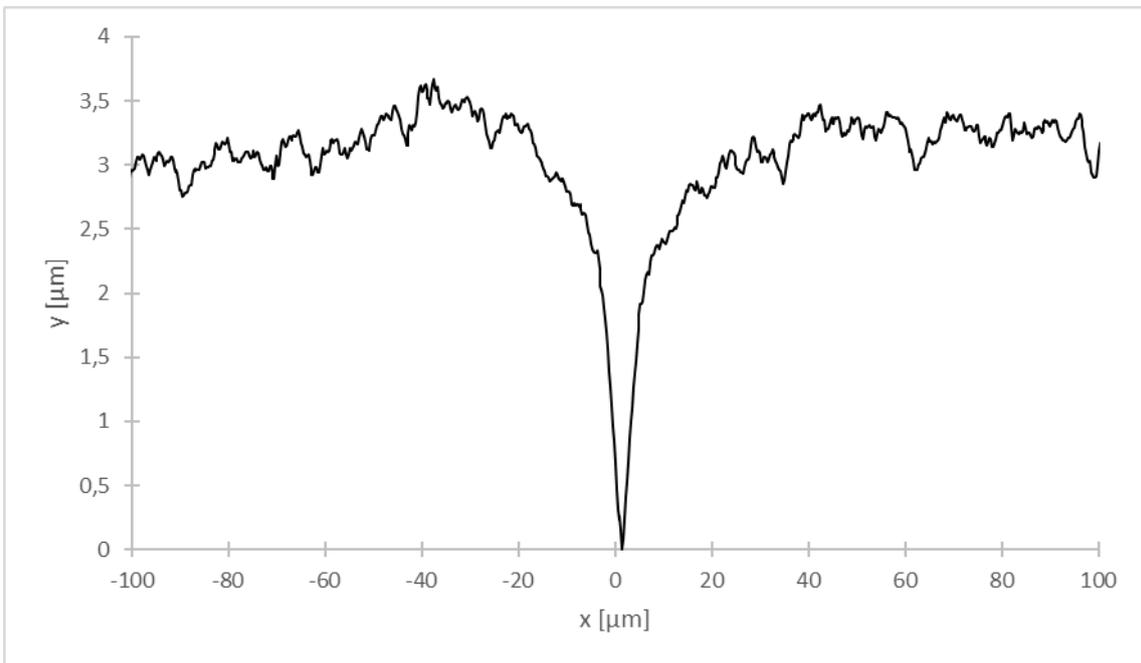


Figura A.4. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$.

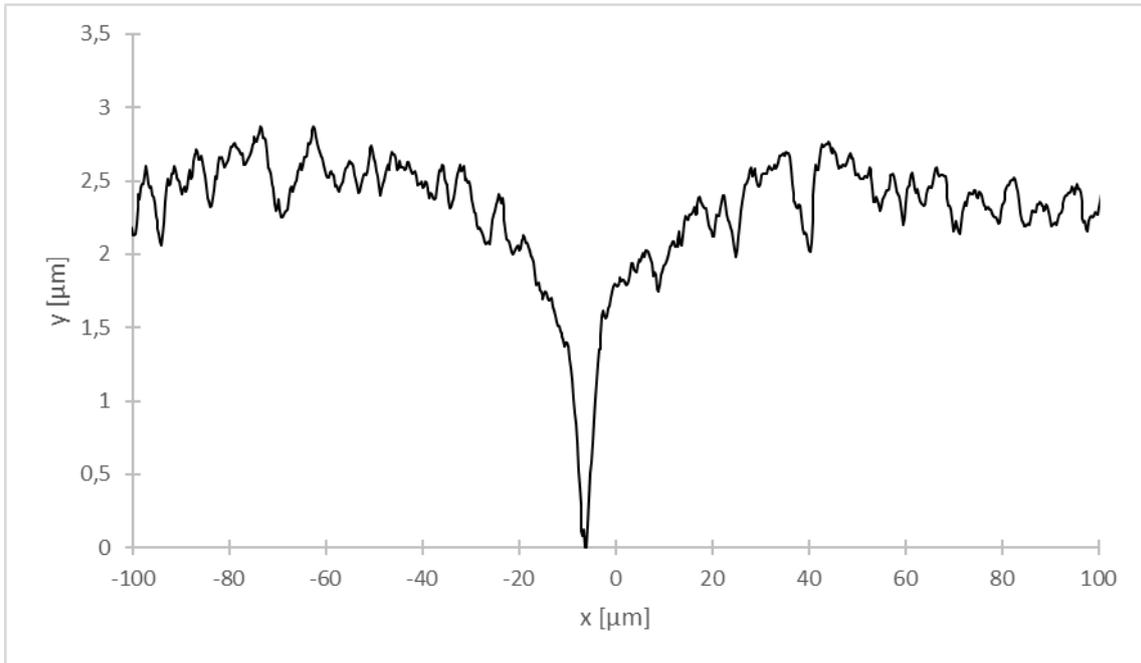


Figura A.5. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 0^\circ \pm 1^\circ$.

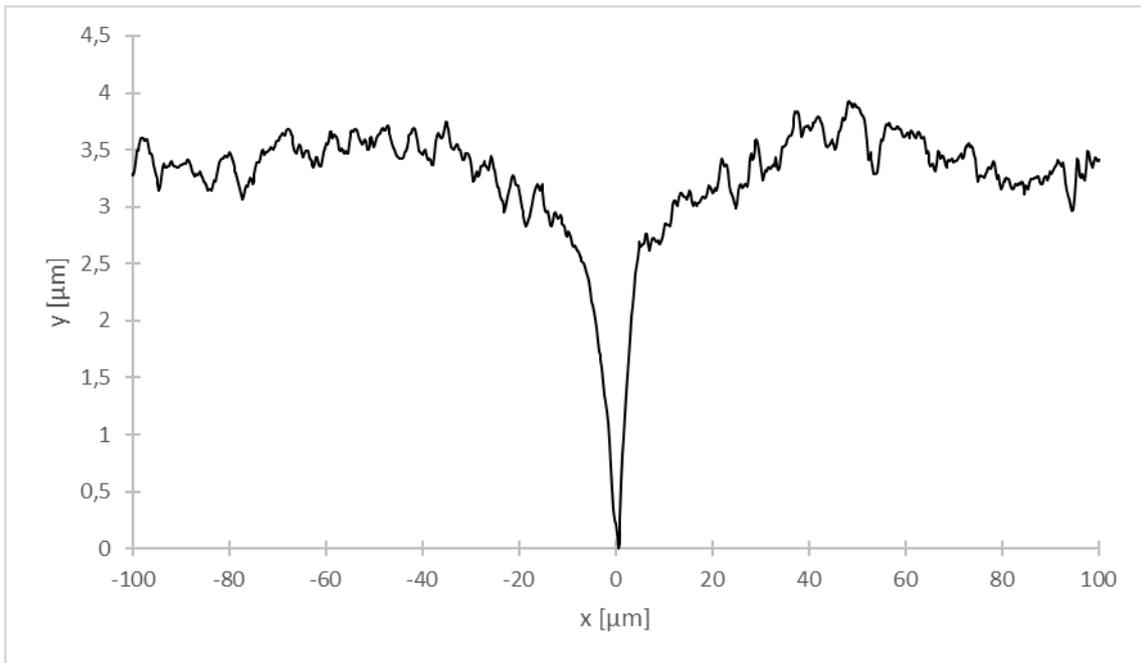


Figura A.6. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -1^\circ \pm 1^\circ$.

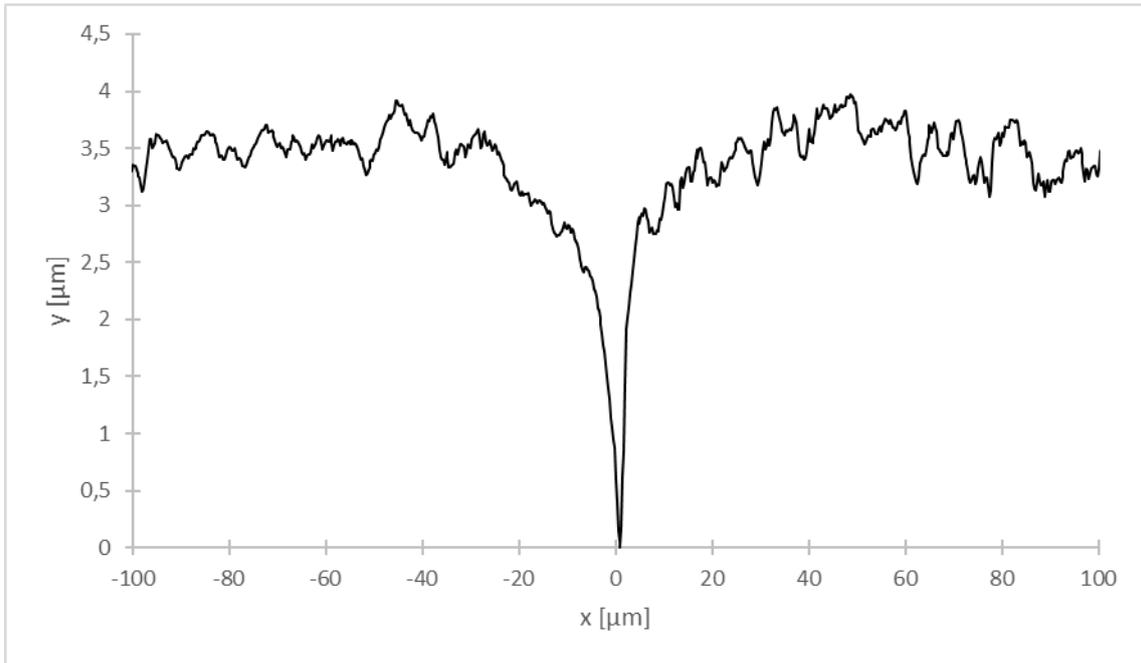


Figura A.7. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$.

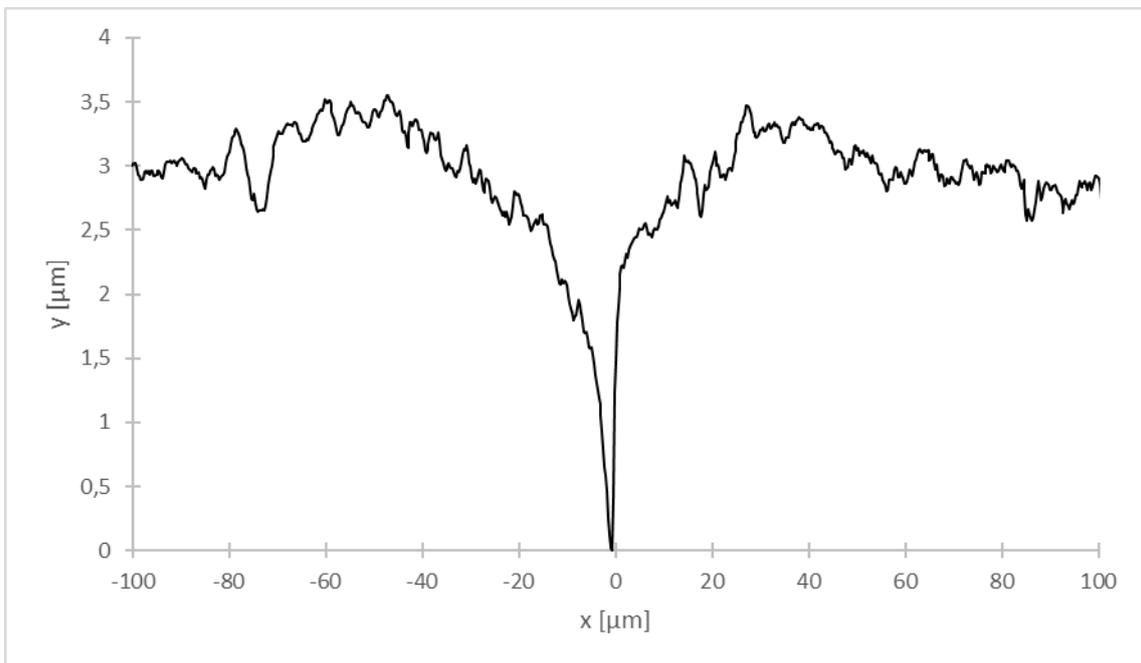


Figura A.8. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -5^\circ \pm 1^\circ$.

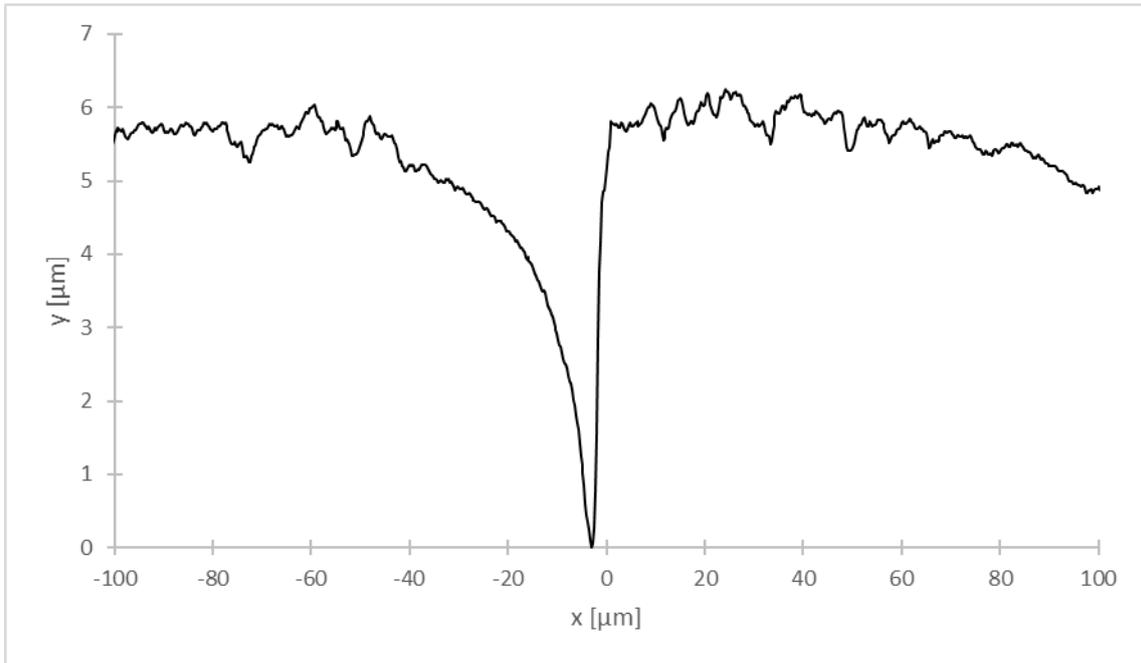


Figura A.9. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -11^\circ \pm 1^\circ$.

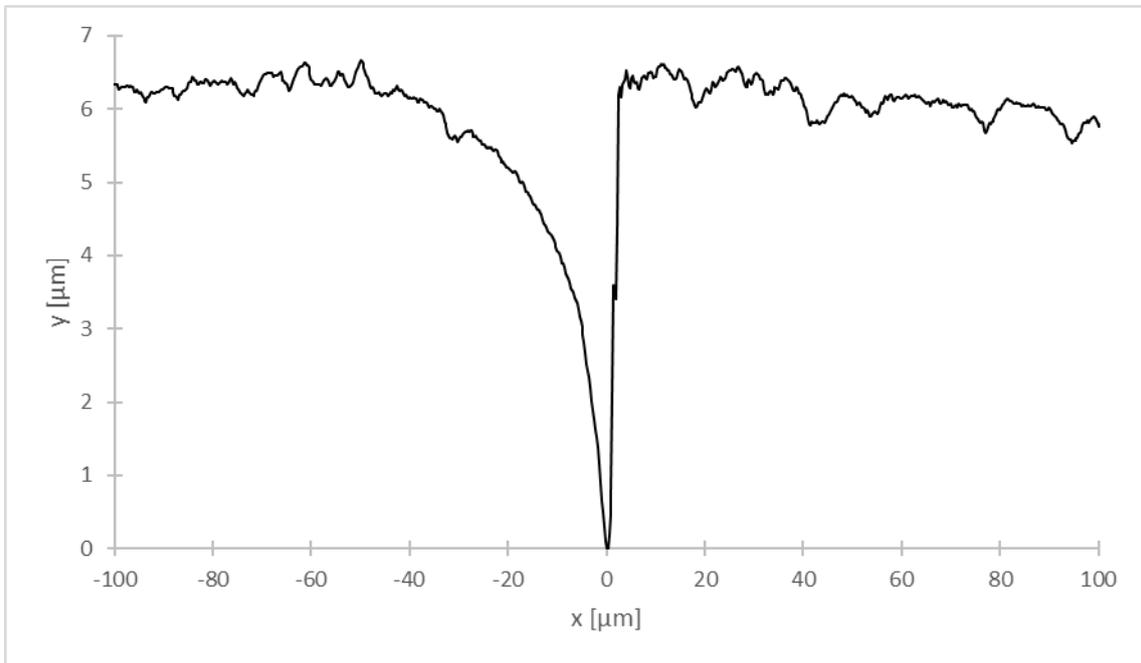


Figura A.10. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -11^\circ \pm 1^\circ$.

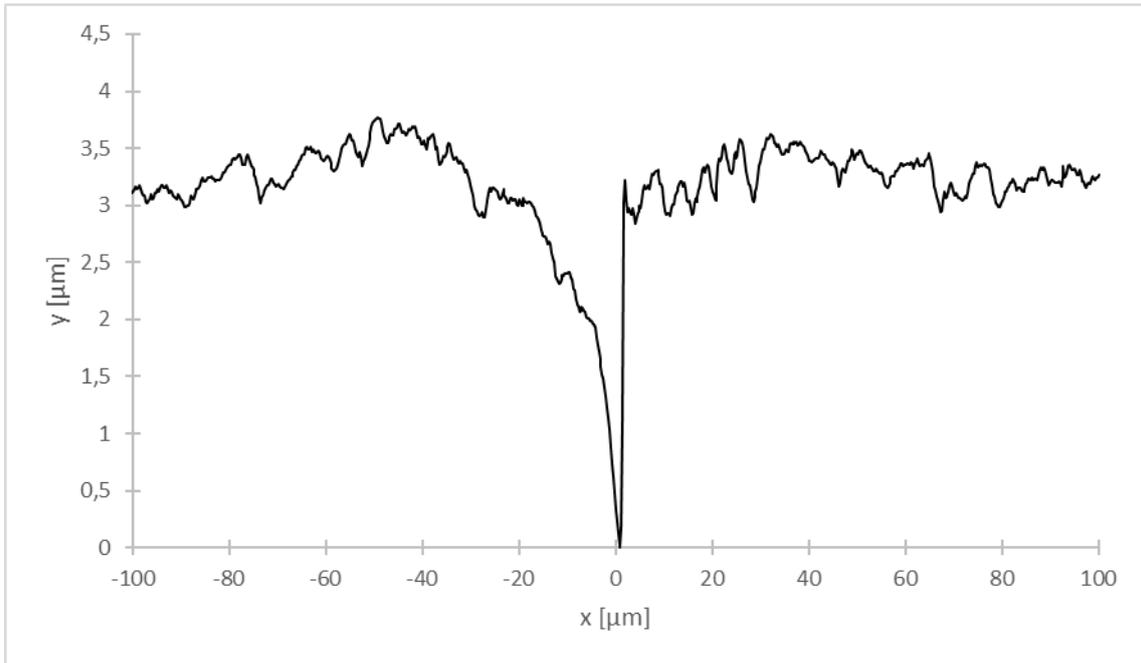


Figura A.11. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -8^\circ \pm 1^\circ$.

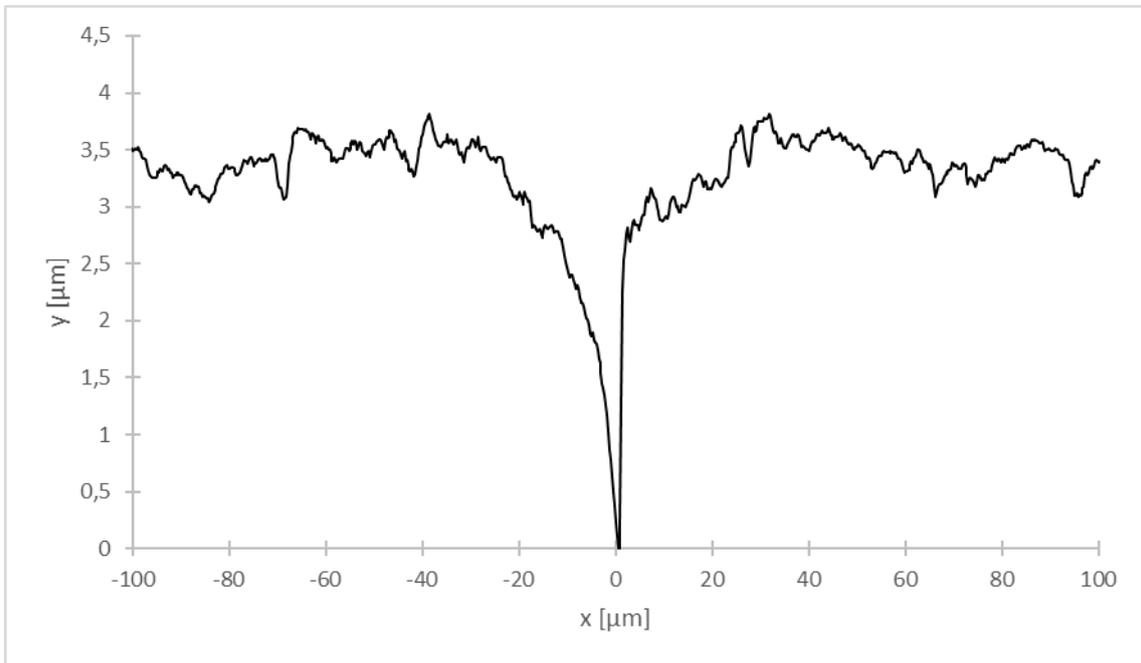


Figura A.12. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -6^\circ \pm 1^\circ$.

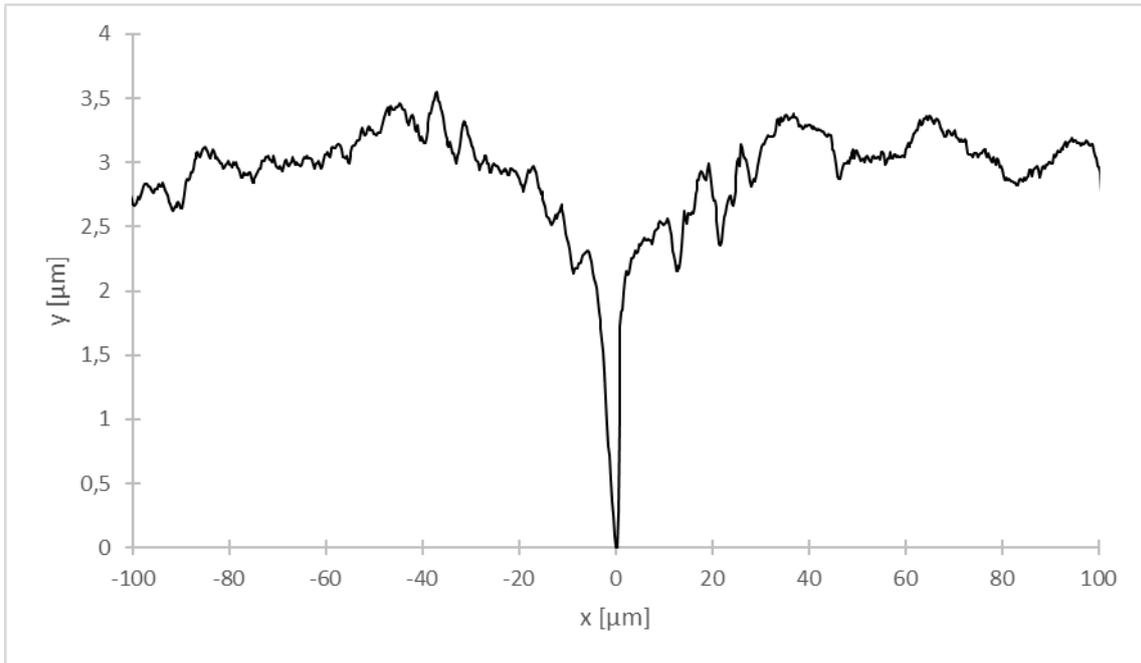


Figura A.13. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$.

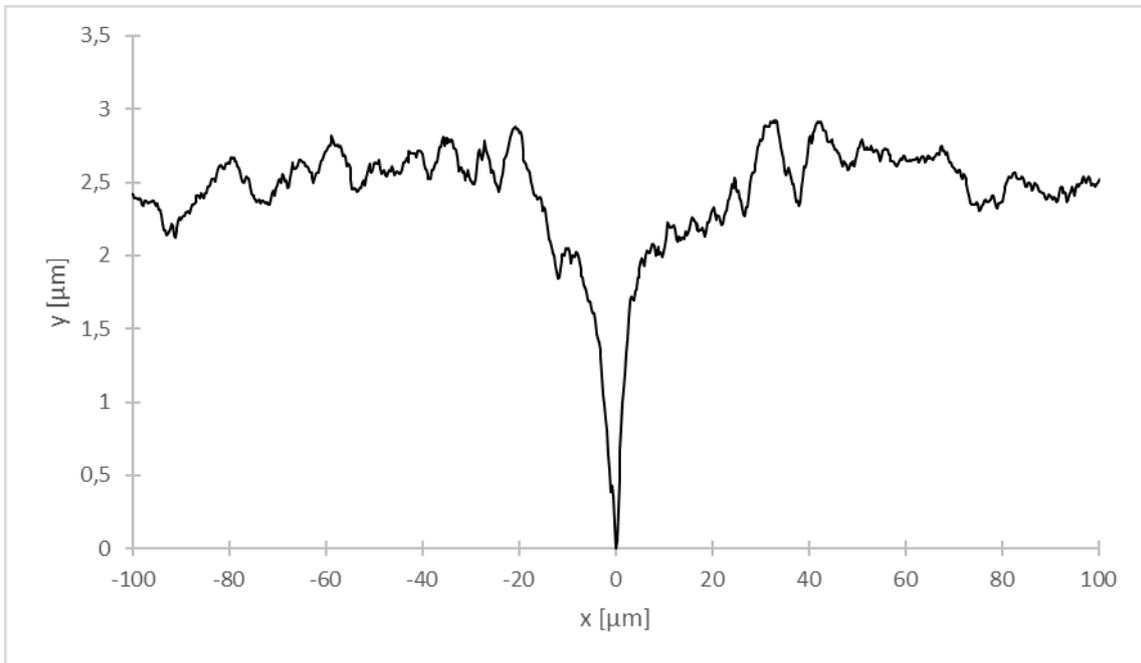


Figura A.14. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 0^\circ \pm 1^\circ$.

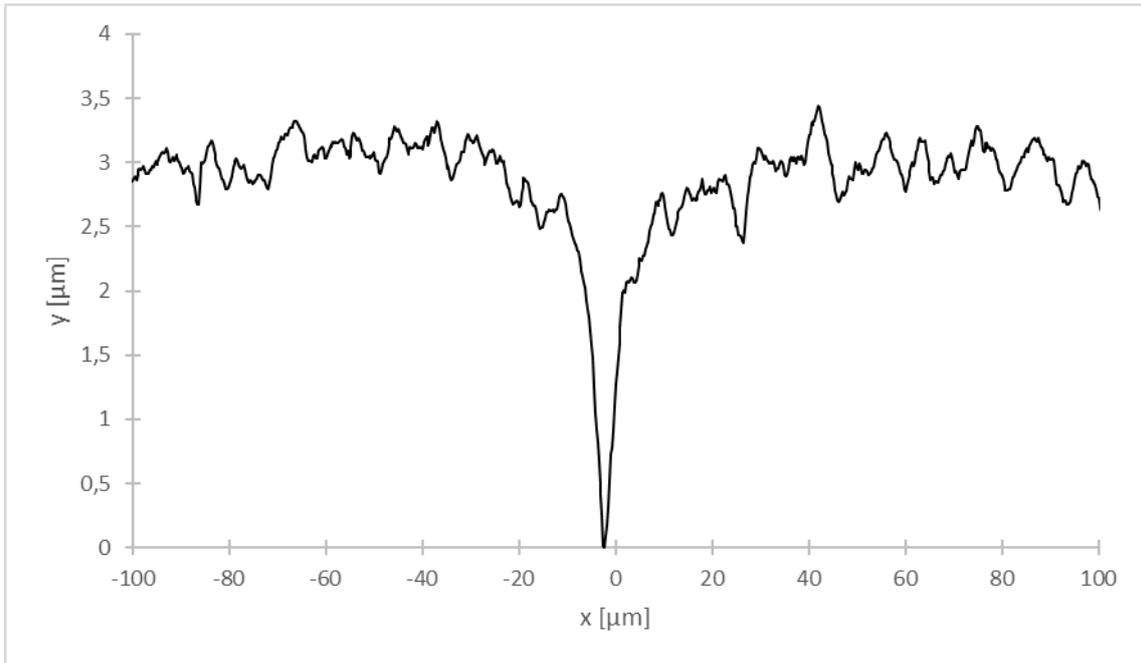


Figura A.15. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$.

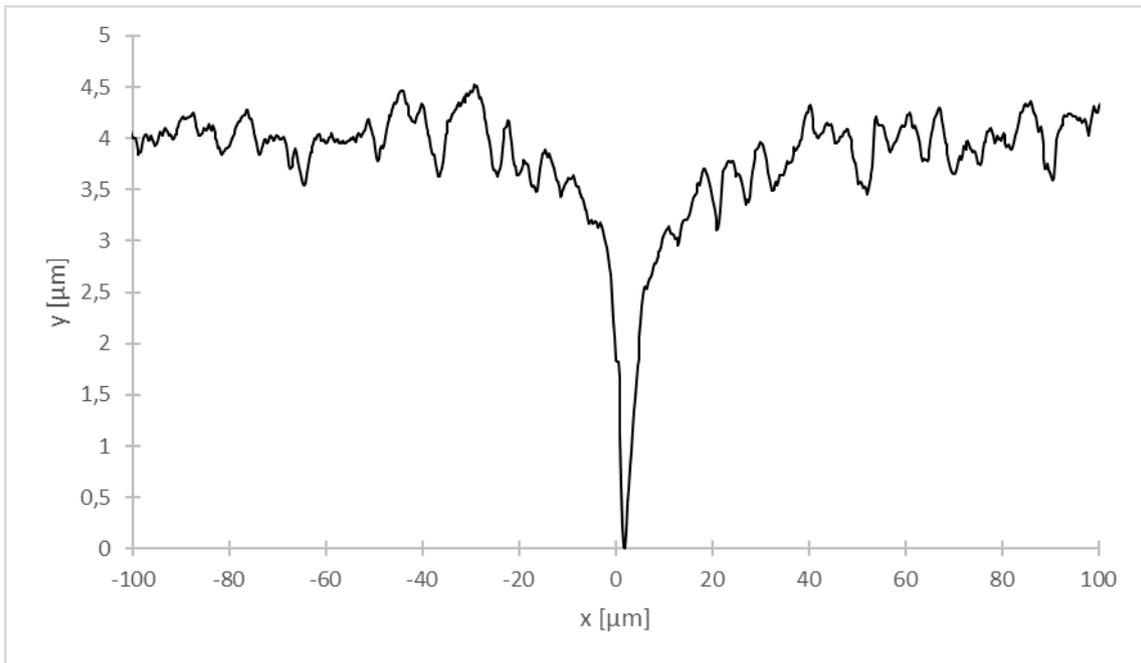


Figura A.16. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 3^\circ \pm 1^\circ$.

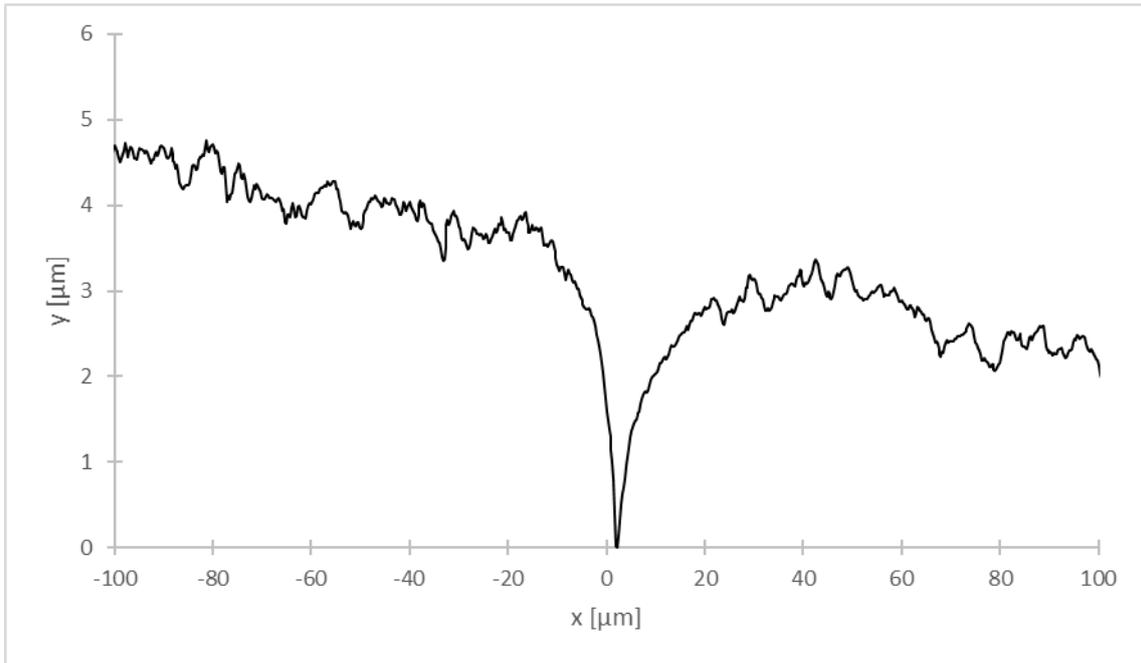


Figura A.17. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 6^\circ \pm 1^\circ$.

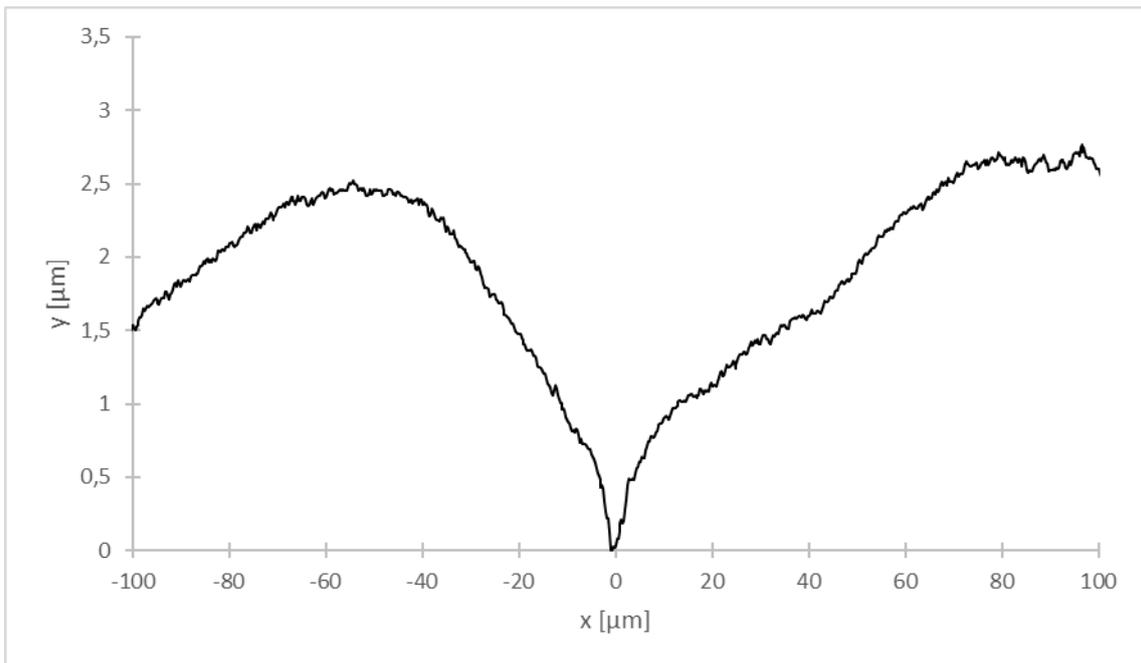


Figura A.18. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -3^\circ \pm 1^\circ$.

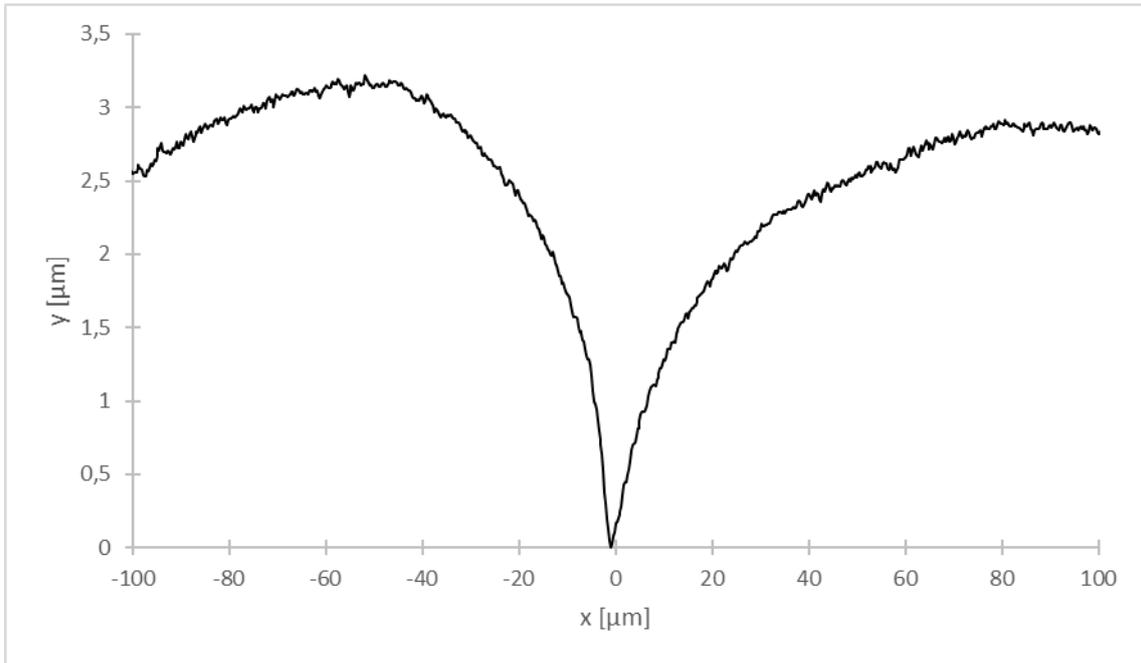


Figura A.19. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = -5^\circ \pm 1^\circ$.

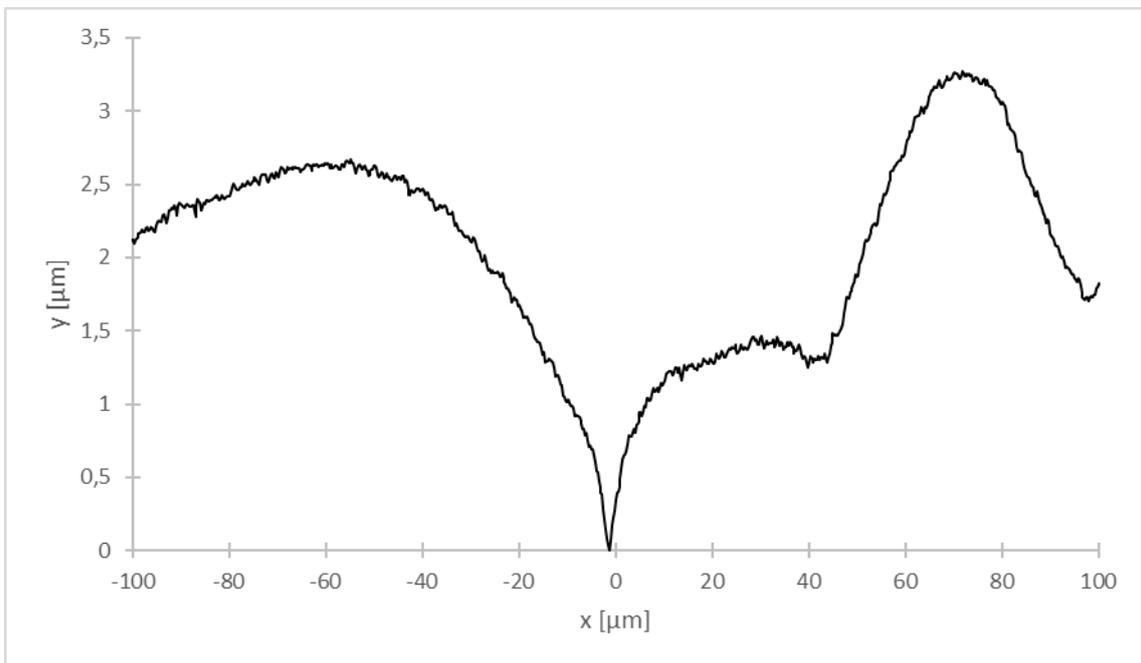


Figura A.20. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = -0^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 40 \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \mu\text{m}$.

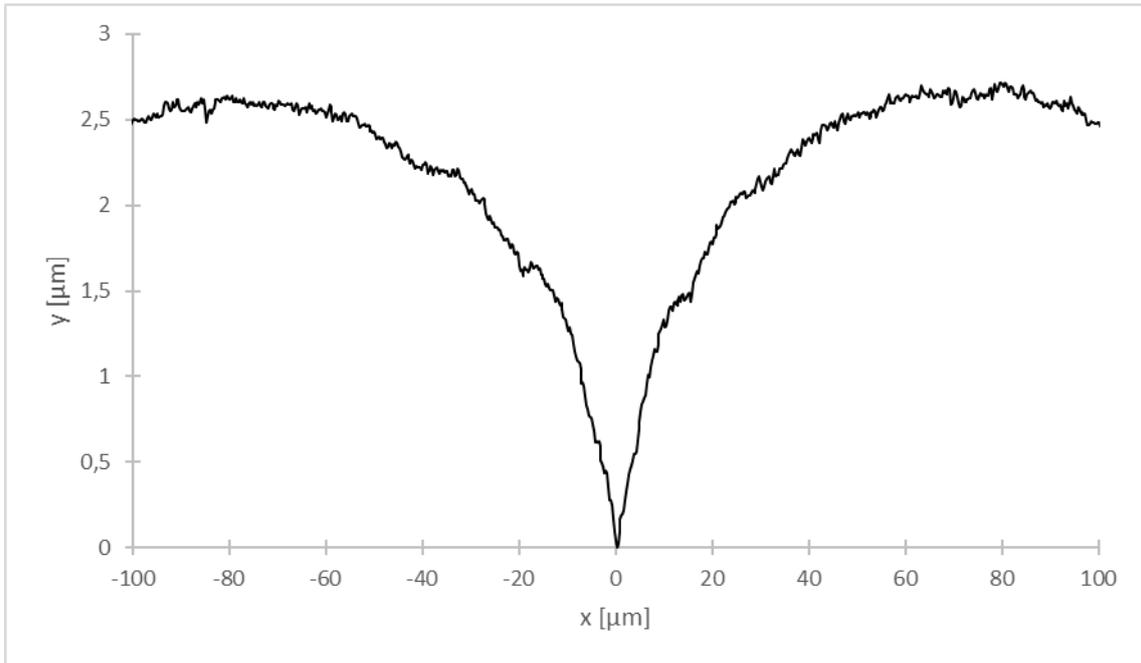


Figura A.21. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

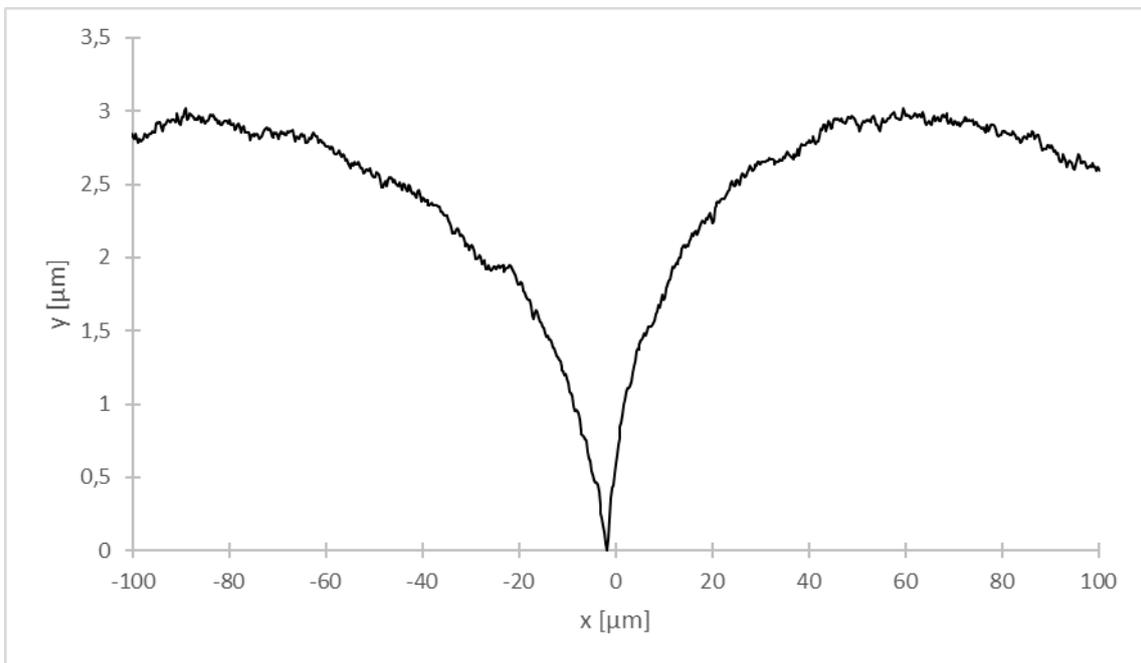


Figura A.22. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 4^\circ \pm 1^\circ$.

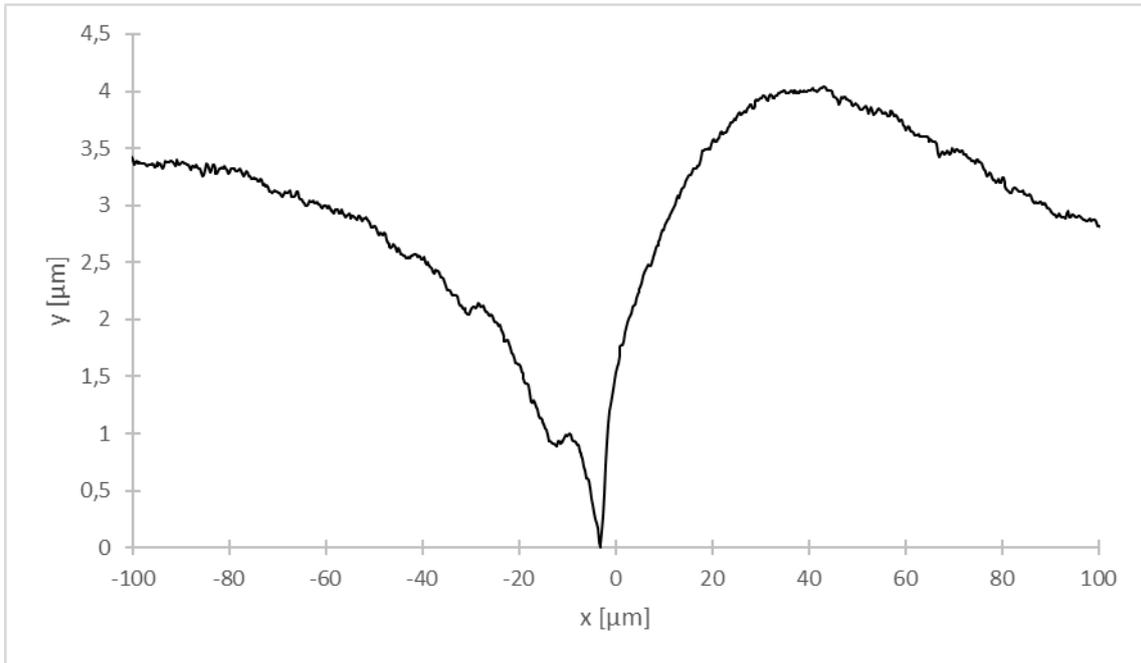


Figura A.23. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 9^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

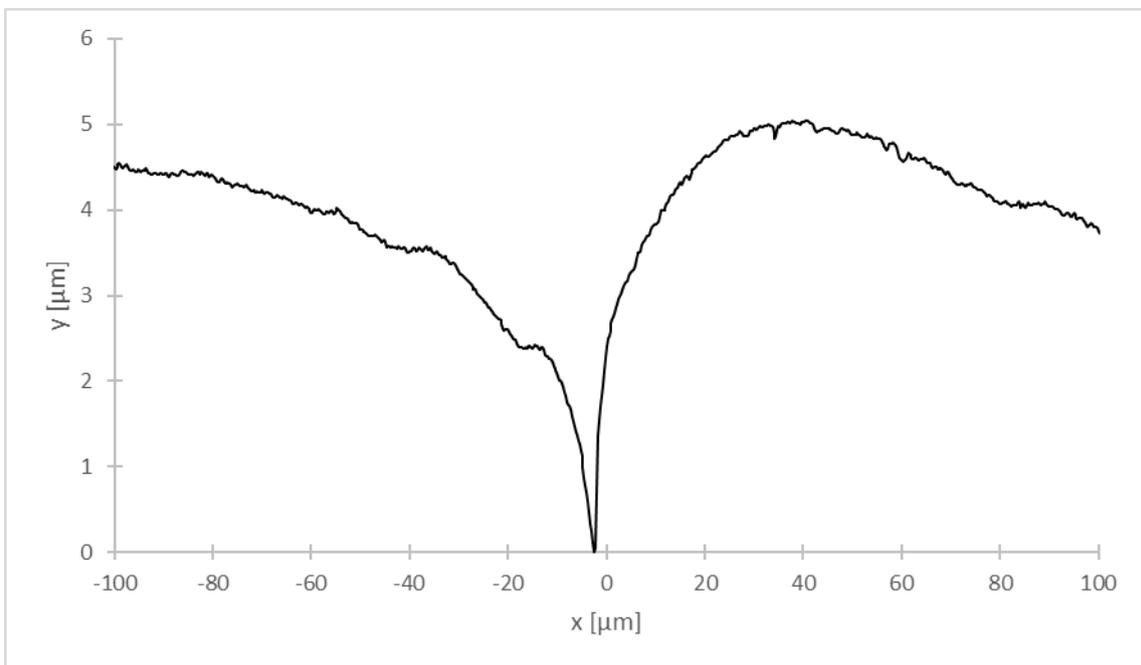


Figura A.24. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 9^\circ \pm 1^\circ$.

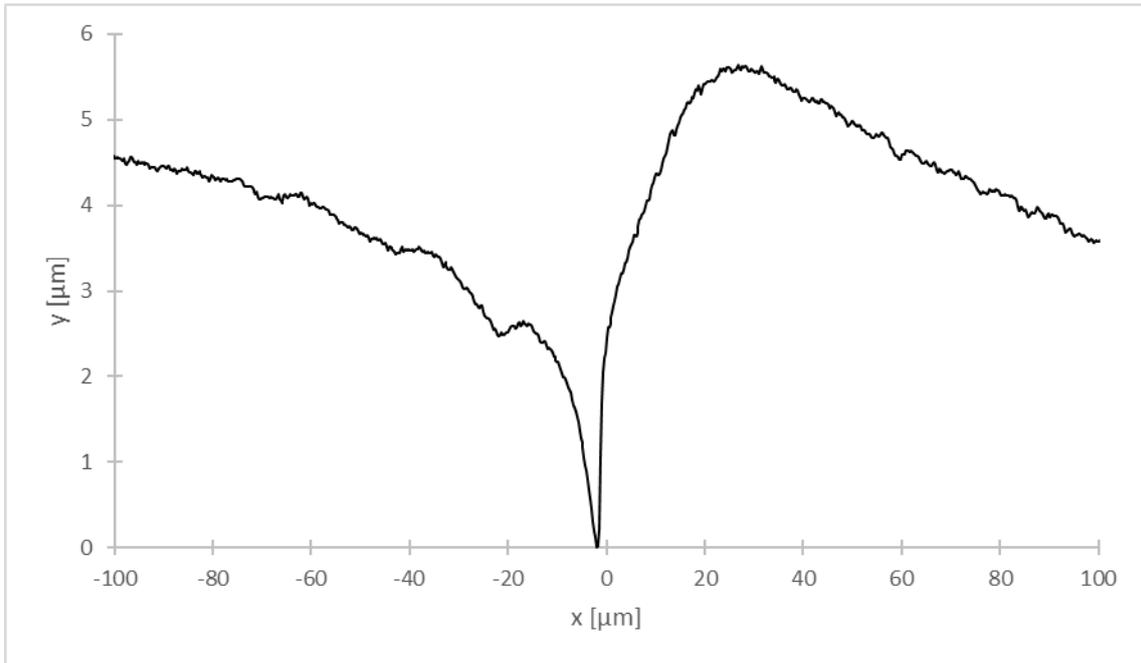


Figura A.25. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 10^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

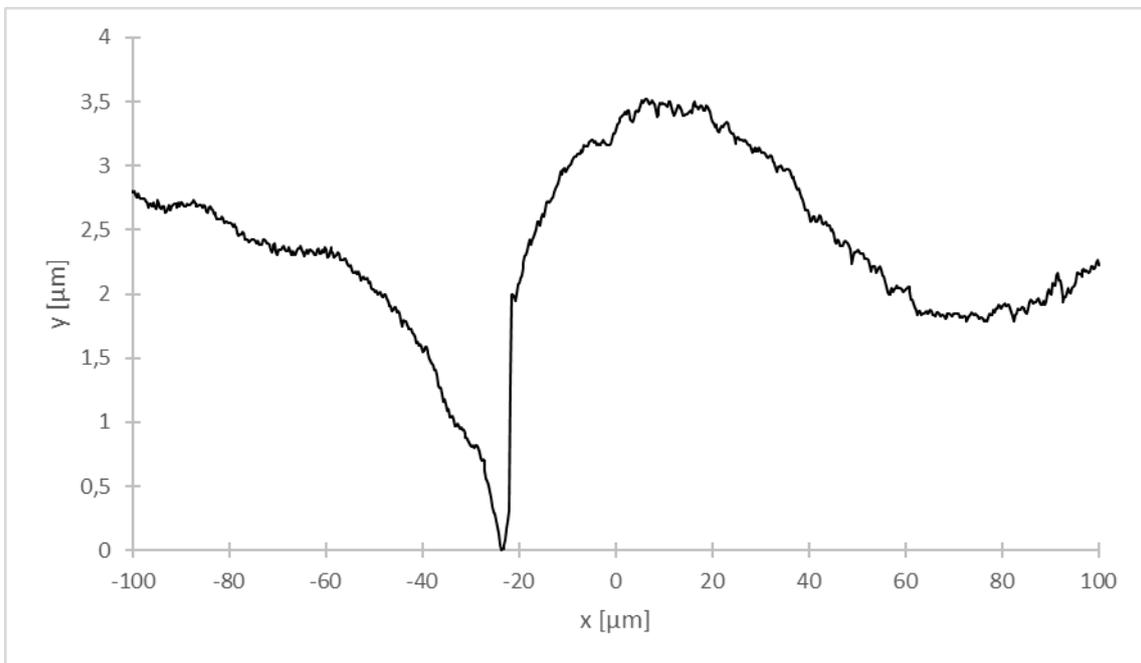


Figura A.26. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 17^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$.

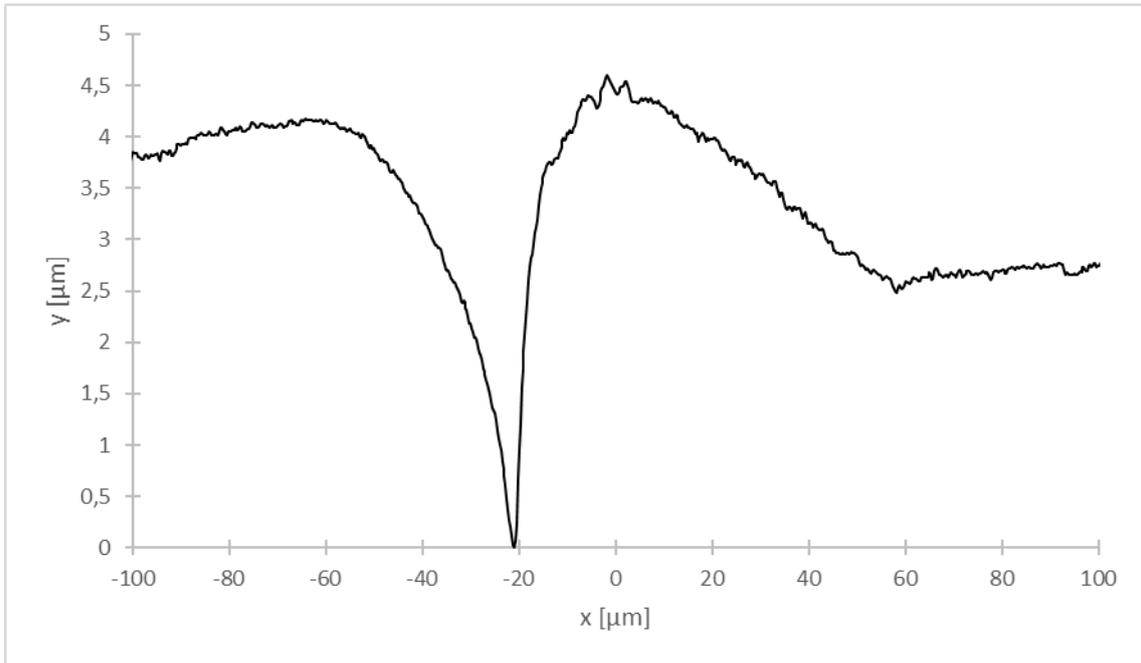


Figura A.27. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 38^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -20 \mu\text{m}$.

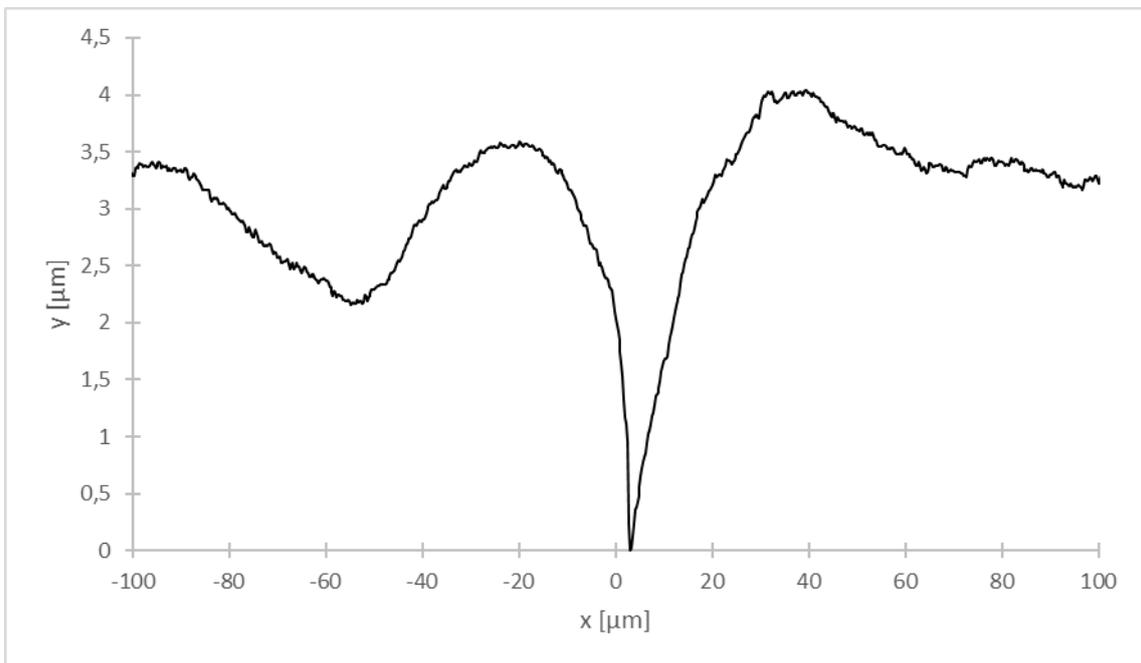


Figura A.28. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -11^\circ \pm 1^\circ$.

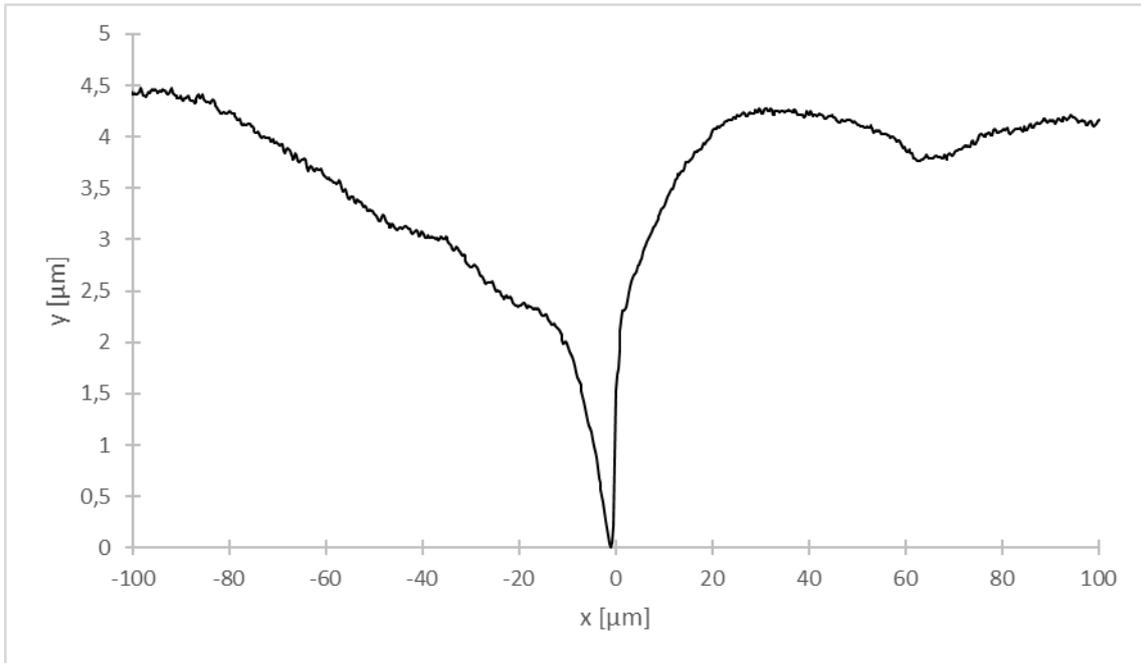


Figura A.29. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 10^\circ \pm 1^\circ$.

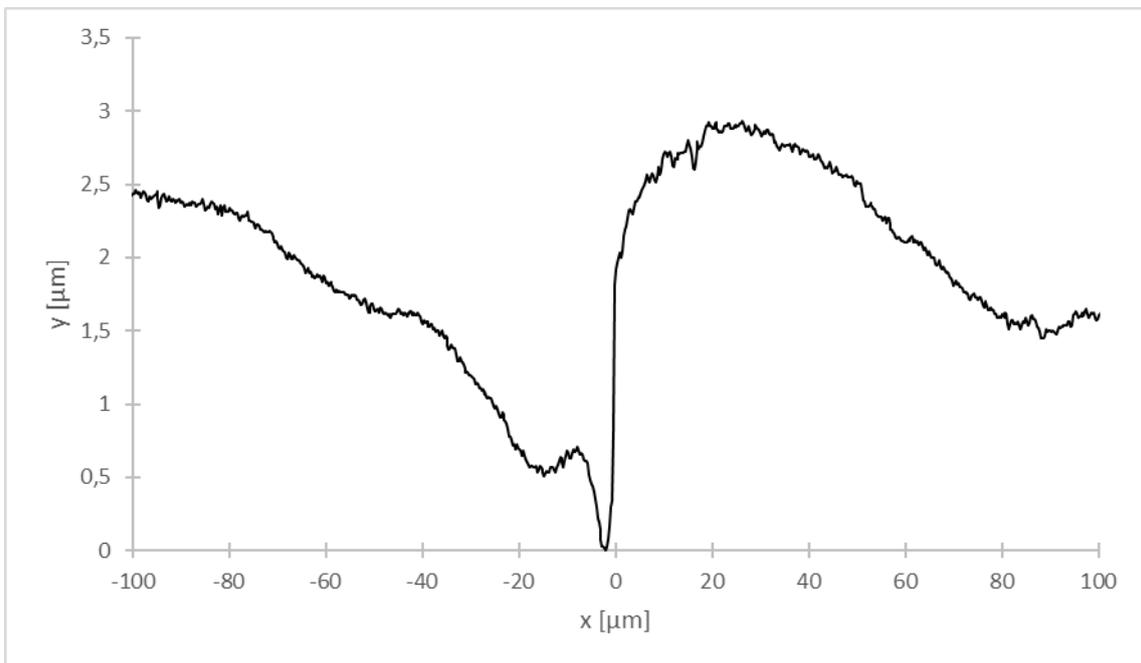


Figura A.30. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 19^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -15 \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \mu\text{m}$.

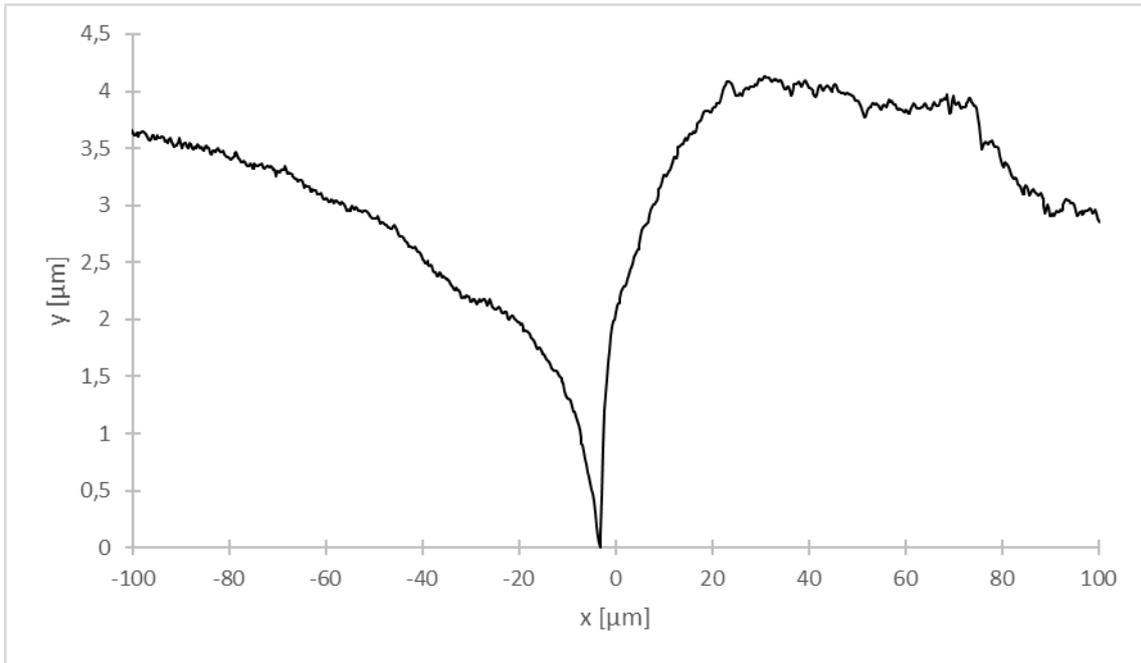


Figura A.31. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$.

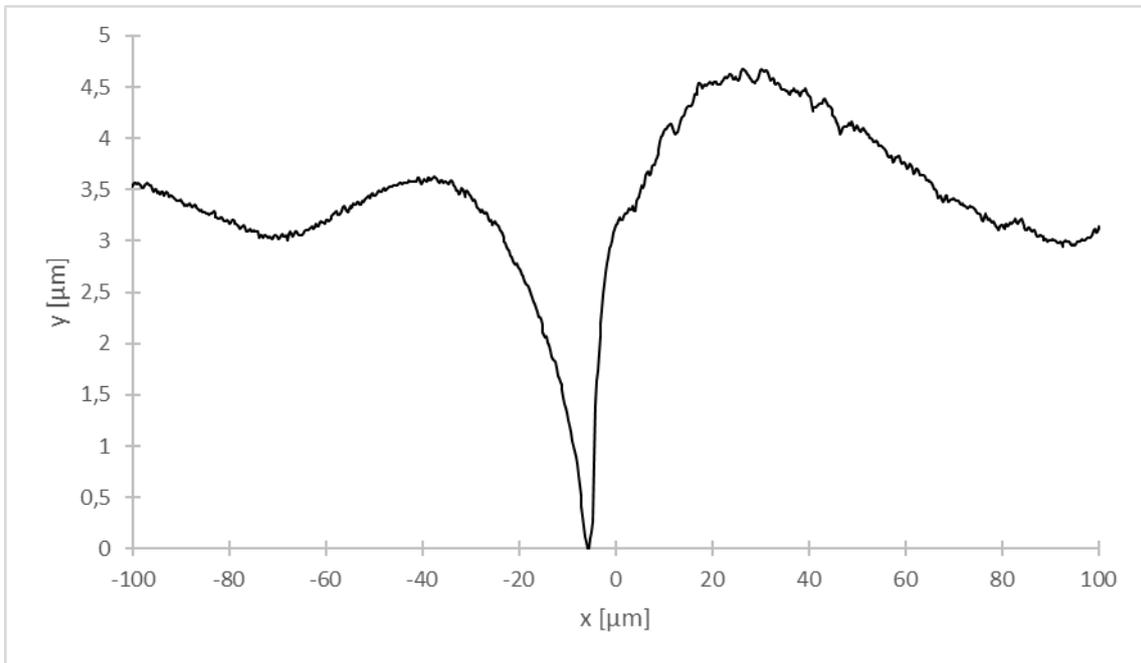


Figura A.32. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 38^\circ \pm 1^\circ$.

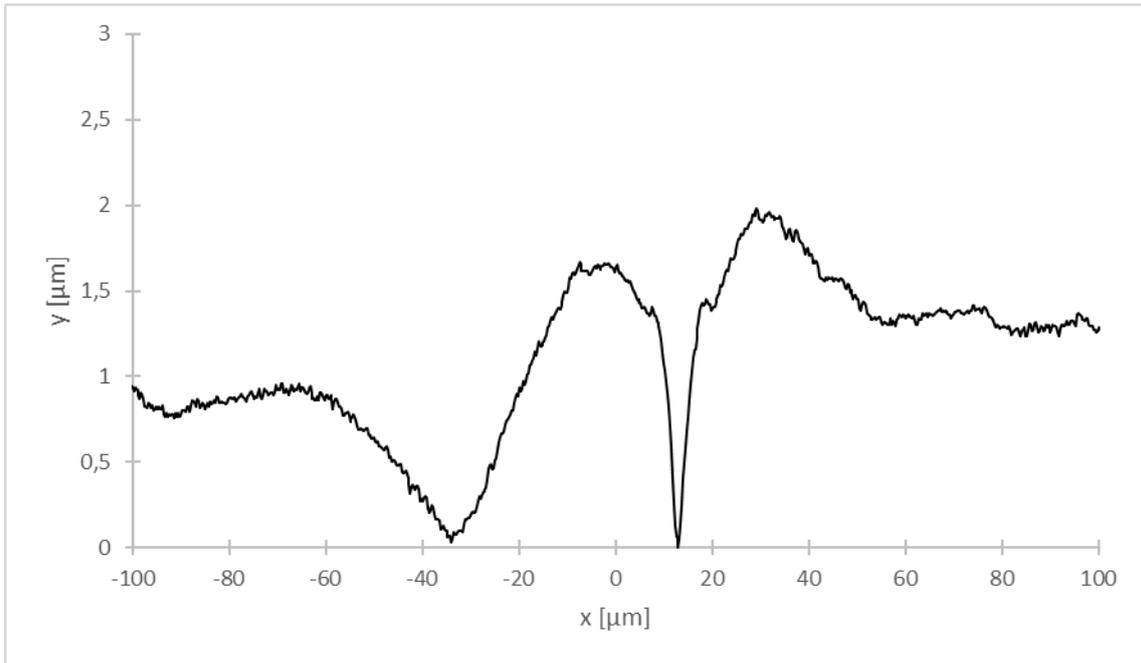


Figura A.33. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -2^\circ \pm 1^\circ$. El surco del BG se encuentra en torno a $x = 10 \text{ } \mu\text{m}$.

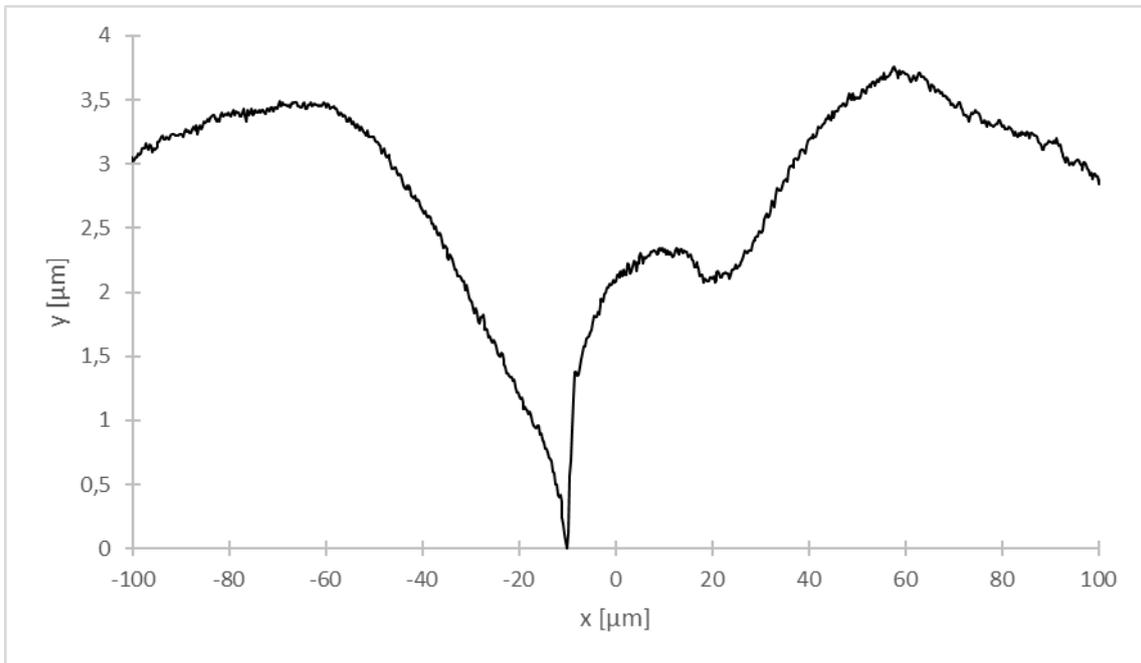


Figura A.34. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 10^\circ \pm 1^\circ$. El surco del BG se encuentra en torno a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$.

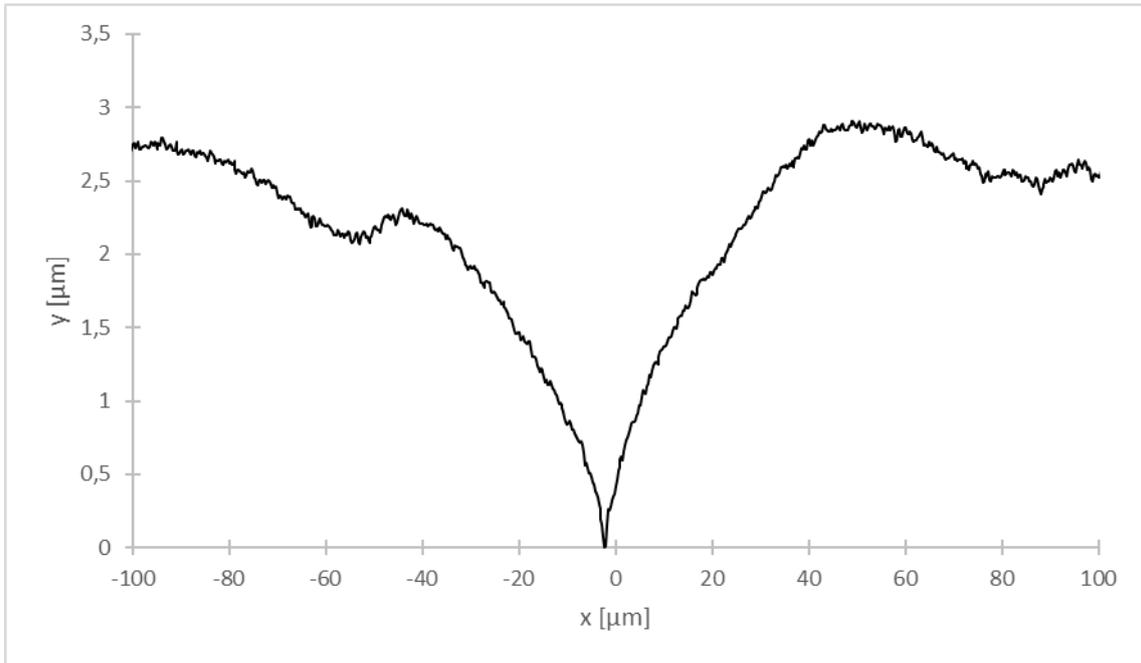


Figura A.35. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 3^\circ \pm 1^\circ$.

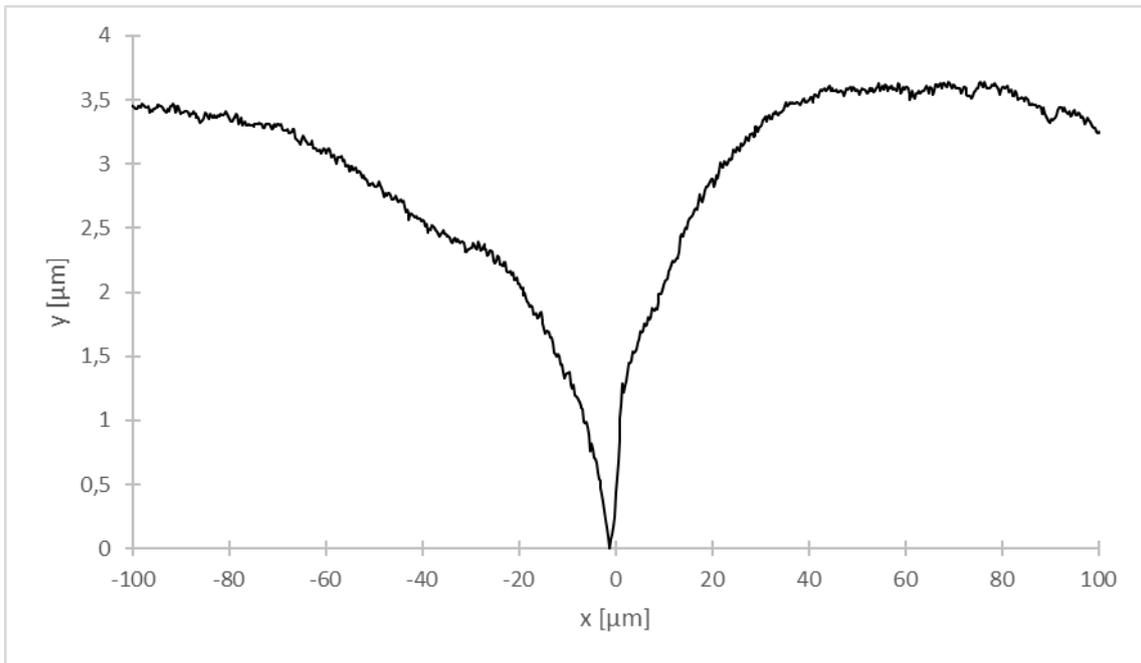


Figura A.36. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 7^\circ \pm 1^\circ$.

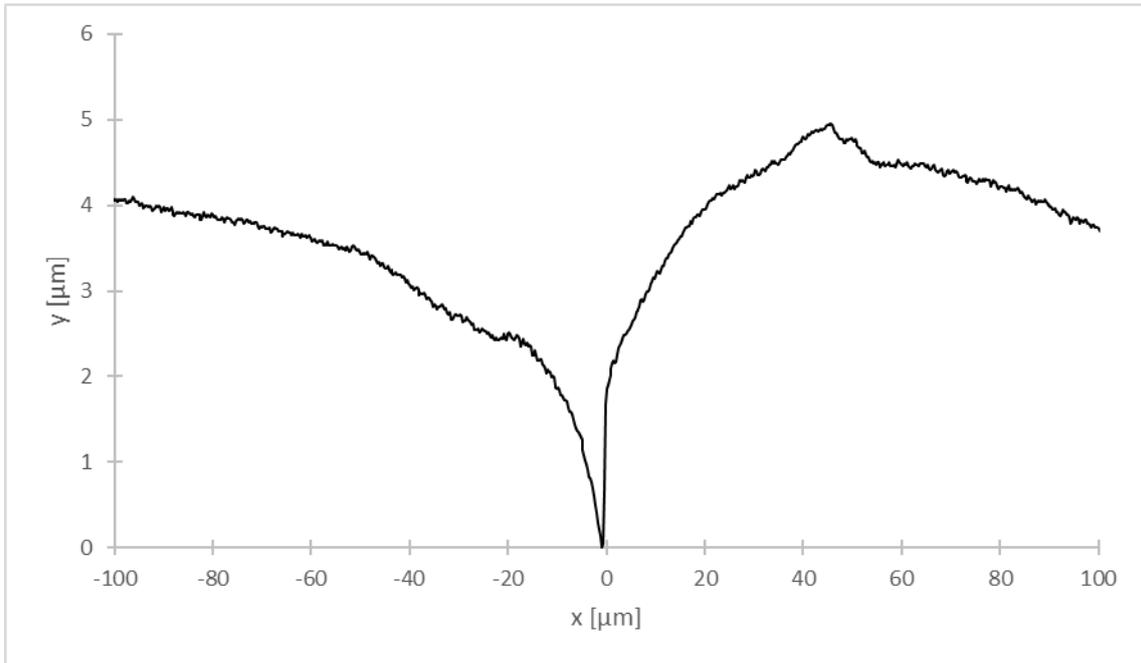


Figura A.37. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$.

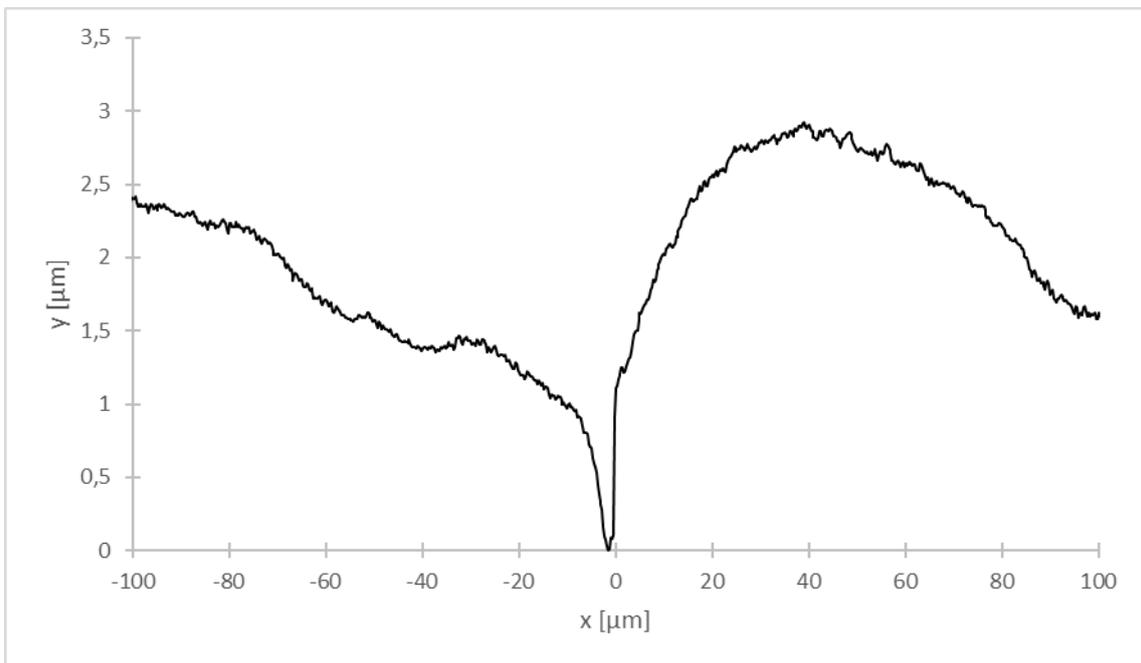


Figura A.38. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 15^\circ \pm 1^\circ$.

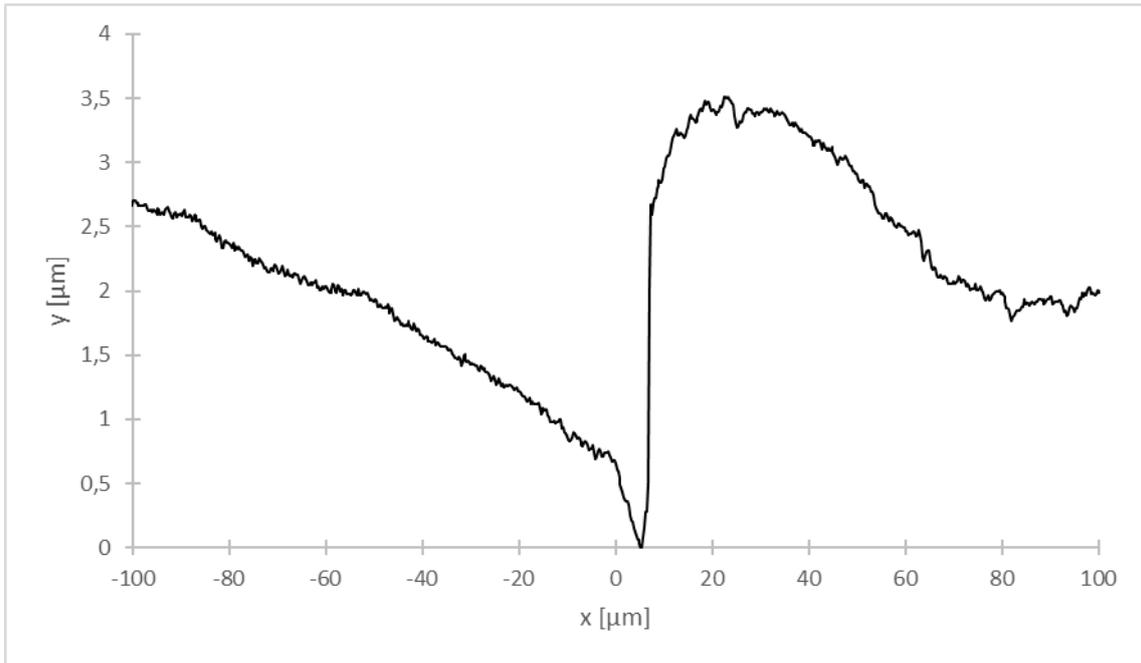


Figura A.39. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 17^\circ \pm 1^\circ$.

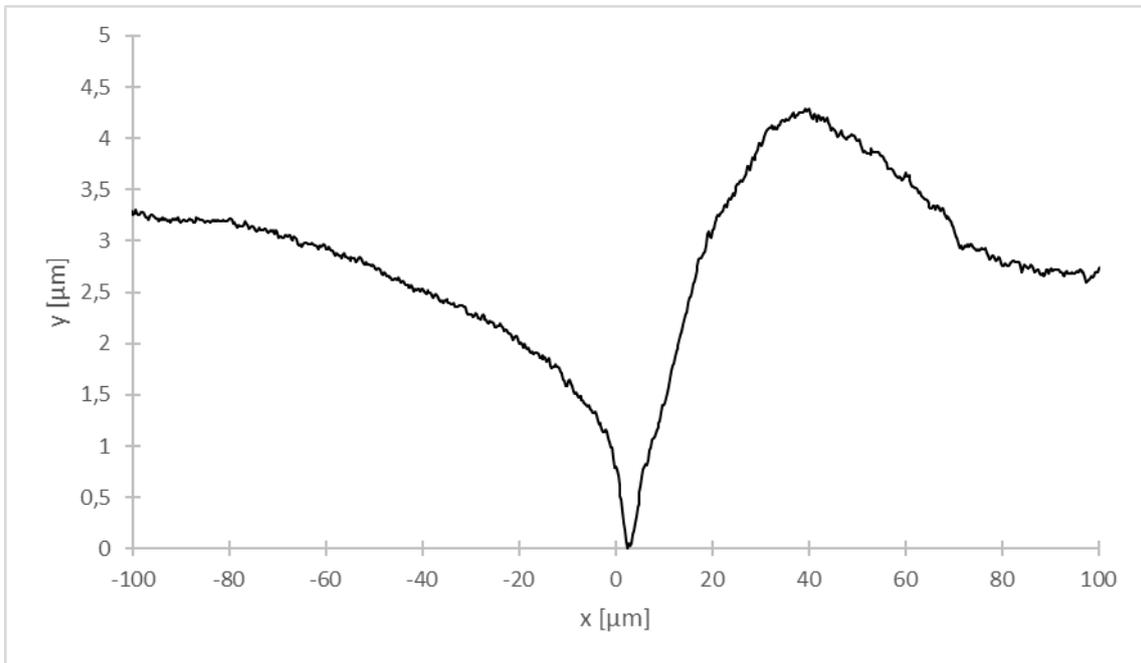


Figura A.40. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$.

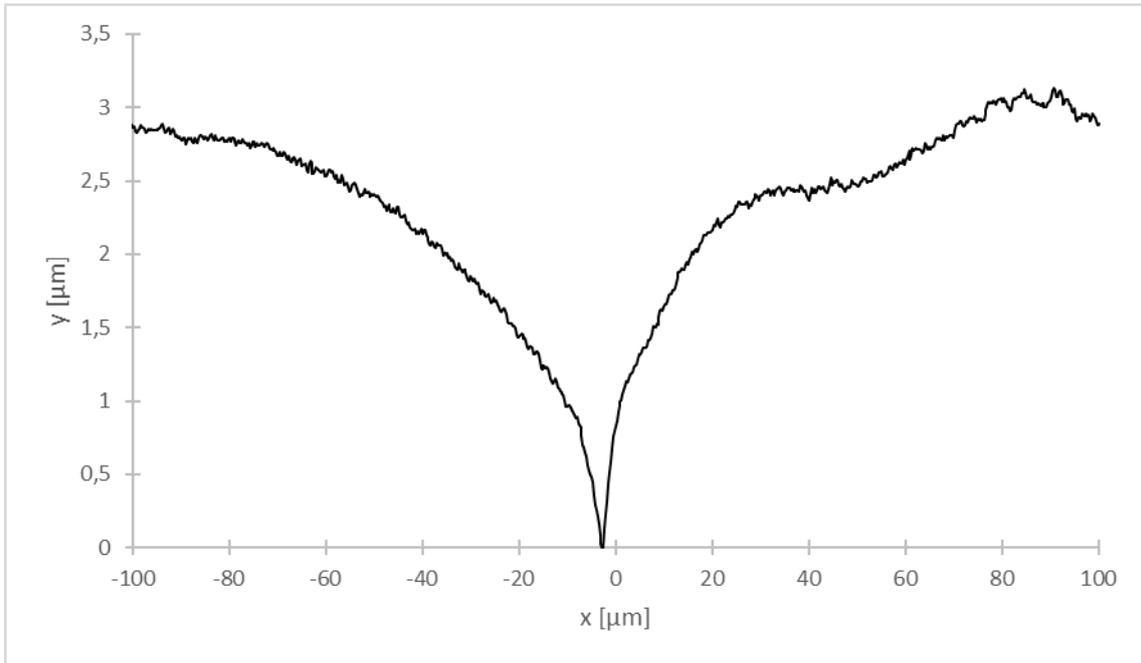


Figura A.41. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 5^\circ \pm 1^\circ$.

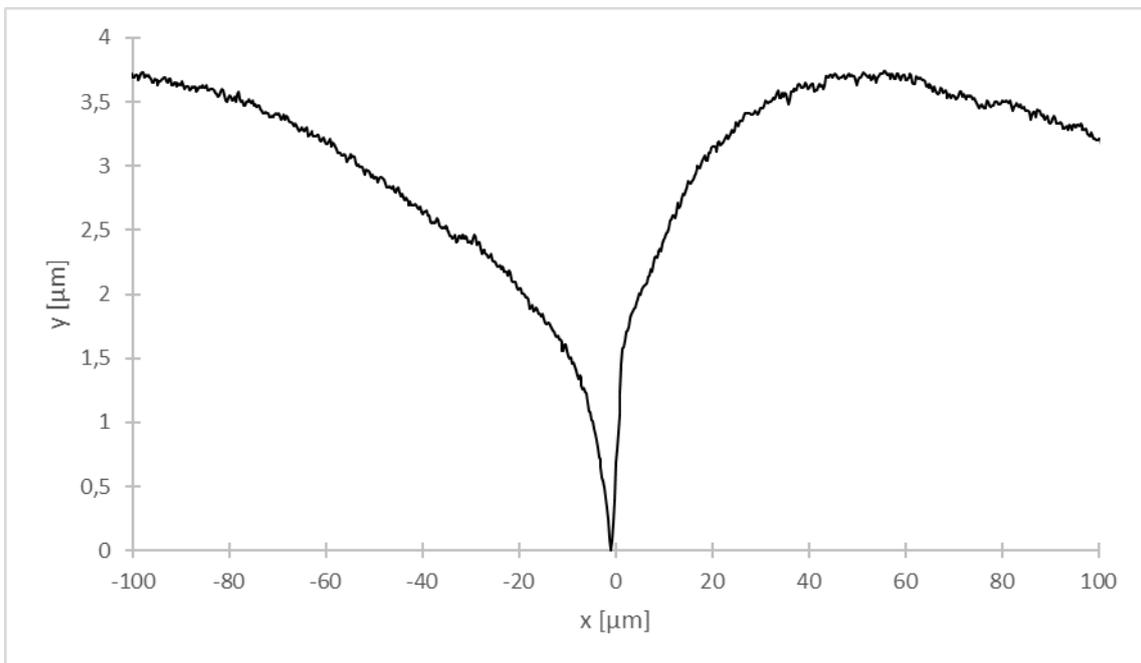


Figura A.42. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 9^\circ \pm 1^\circ$.

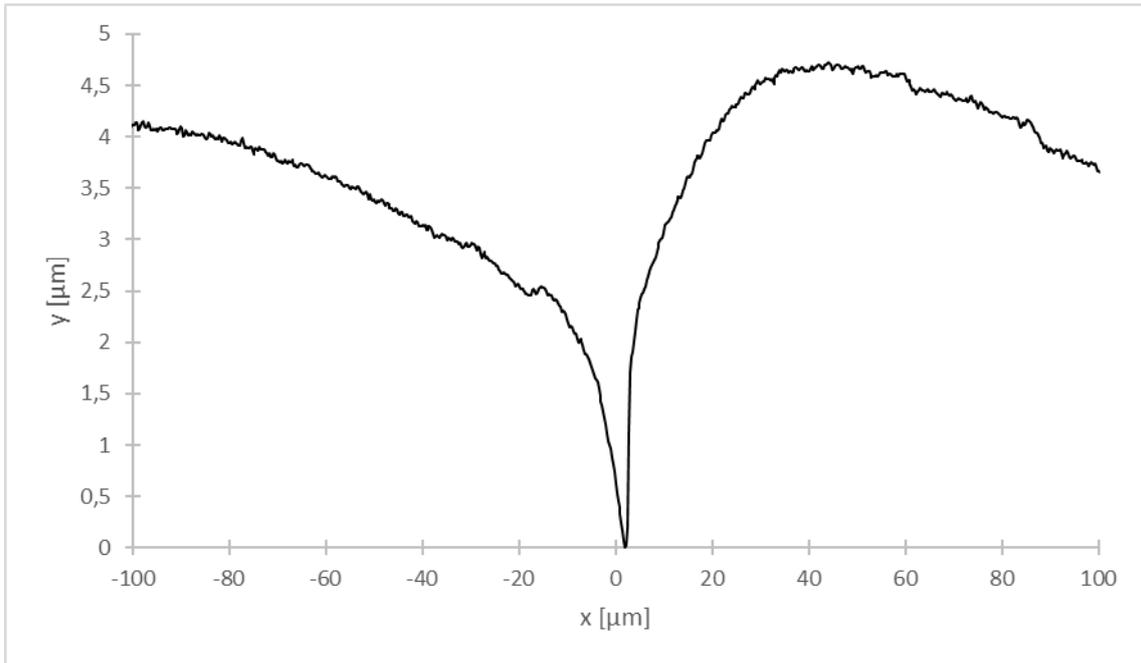


Figura A.43. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (42^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 10^\circ \pm 1^\circ$.

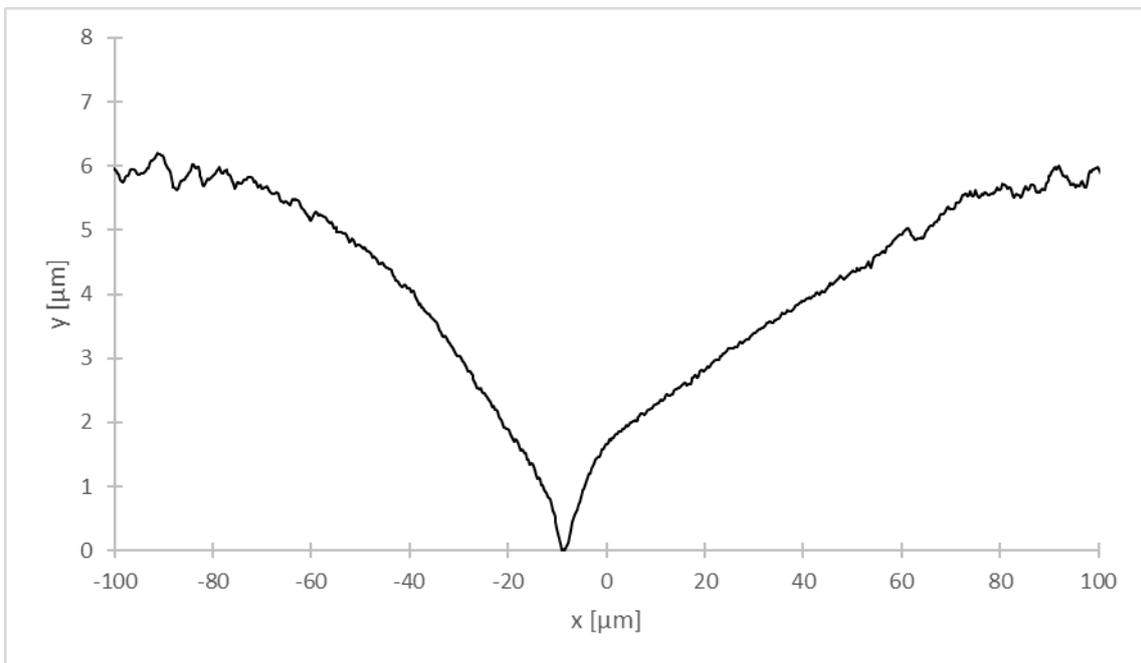


Figura A.44. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -10 \mu\text{m}$.

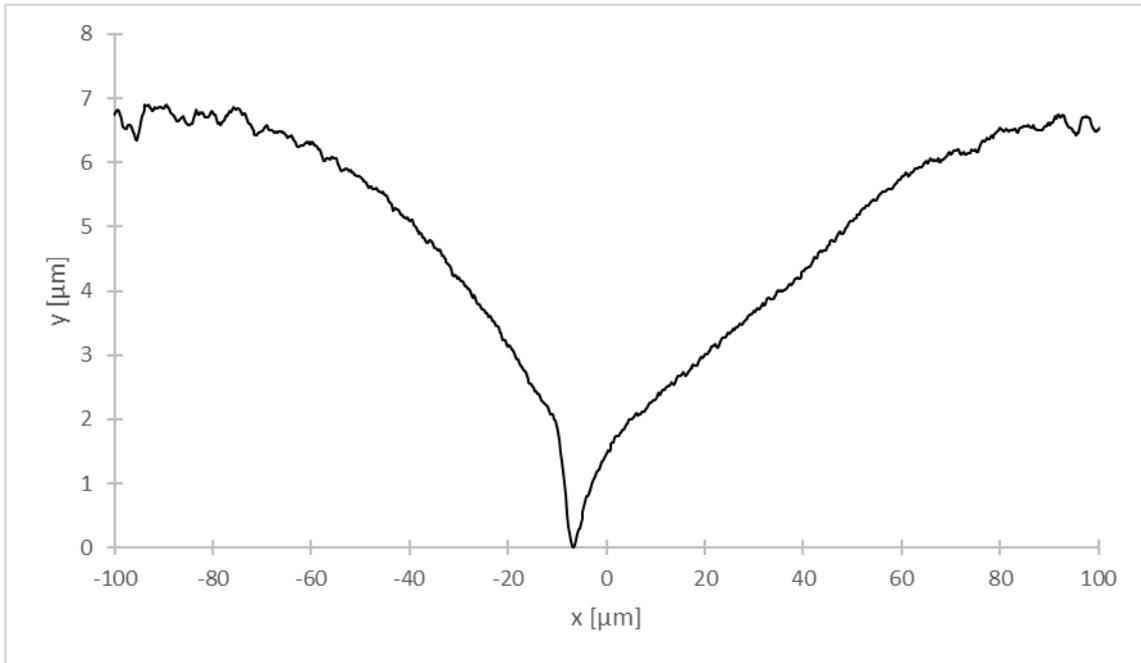


Figura A.45. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 12^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -10 \mu\text{m}$.

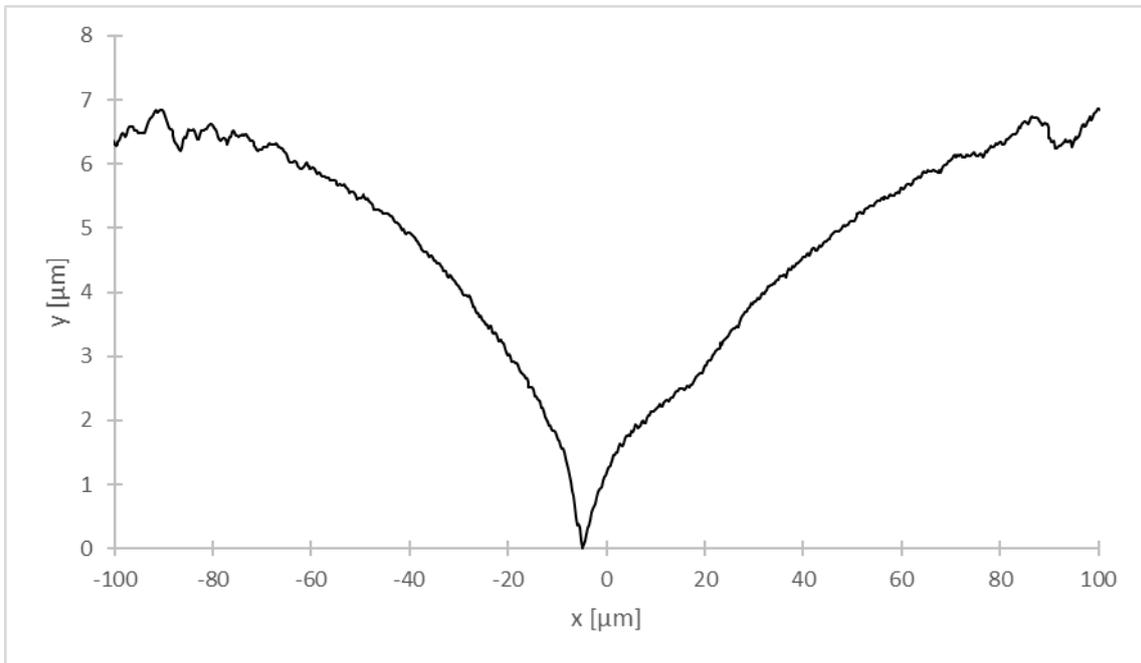


Figura A.46. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 8^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -5 \mu\text{m}$.

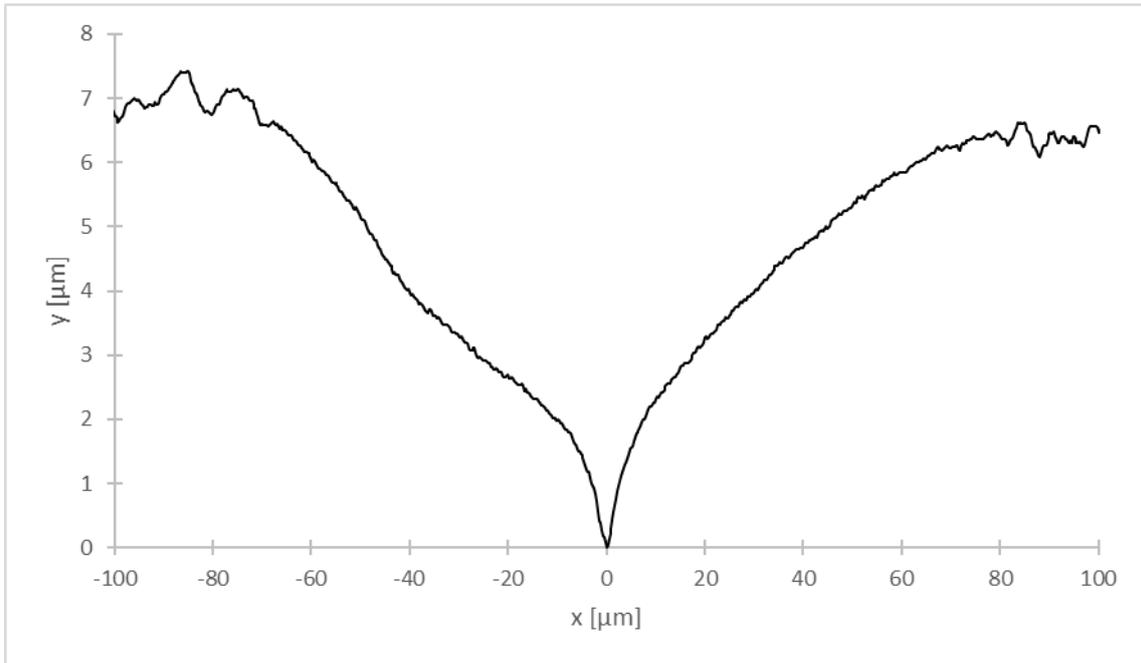


Figura A.47. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

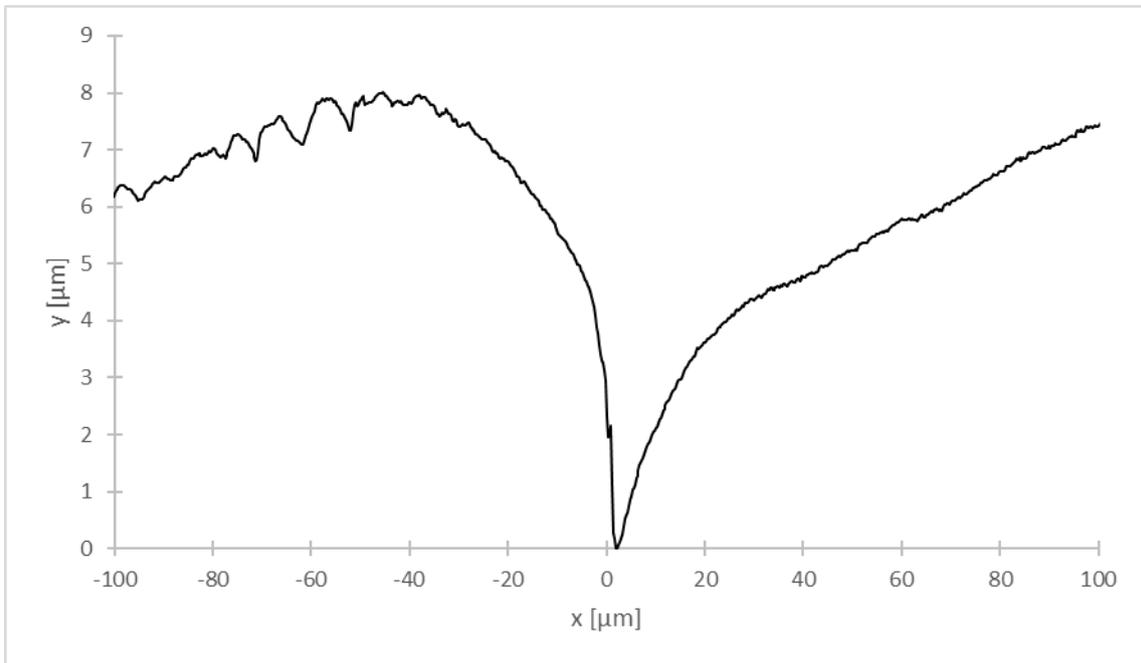


Figura A.48. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 15^\circ \pm 1^\circ$.

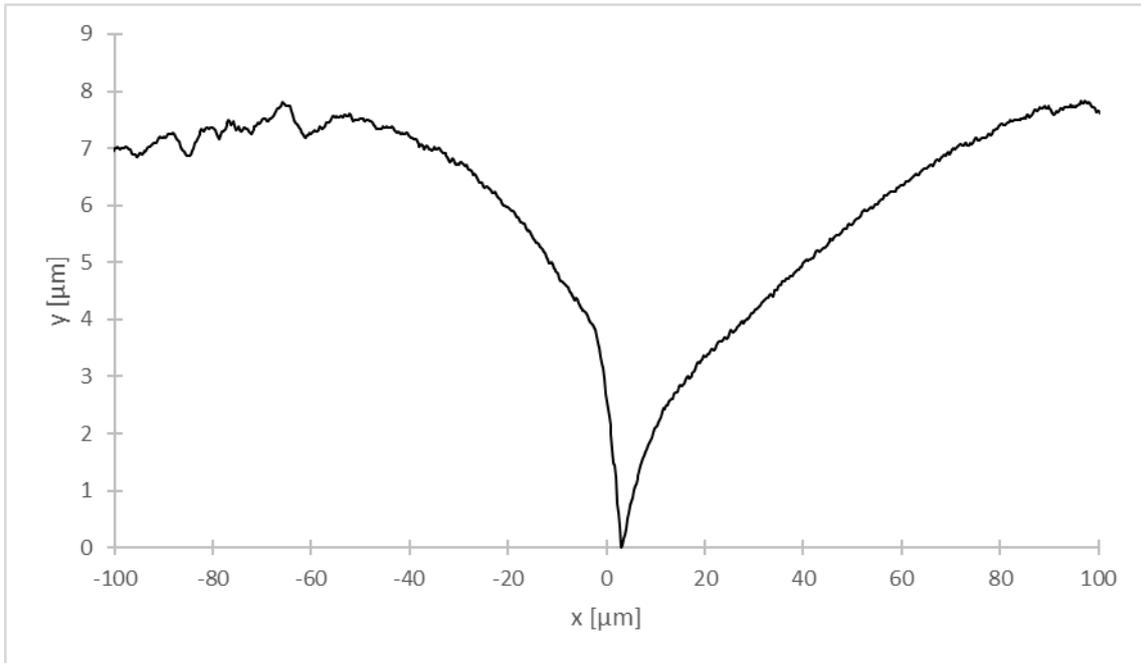


Figura A.49. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$.

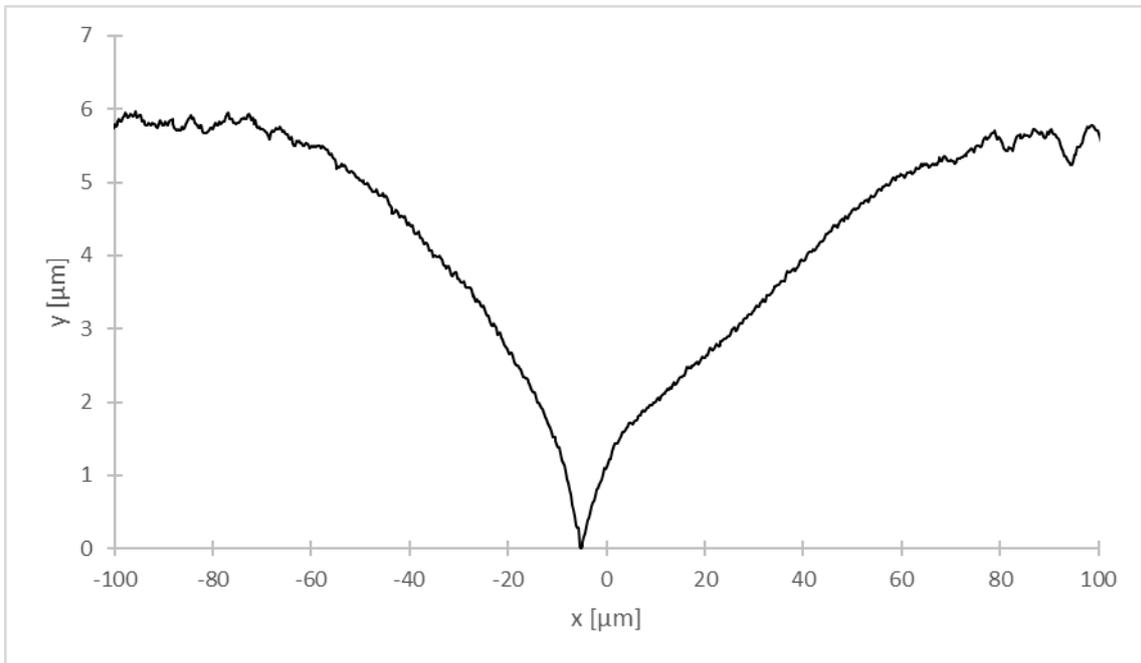


Figura A.50. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 4^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -5 \mu\text{m}$.

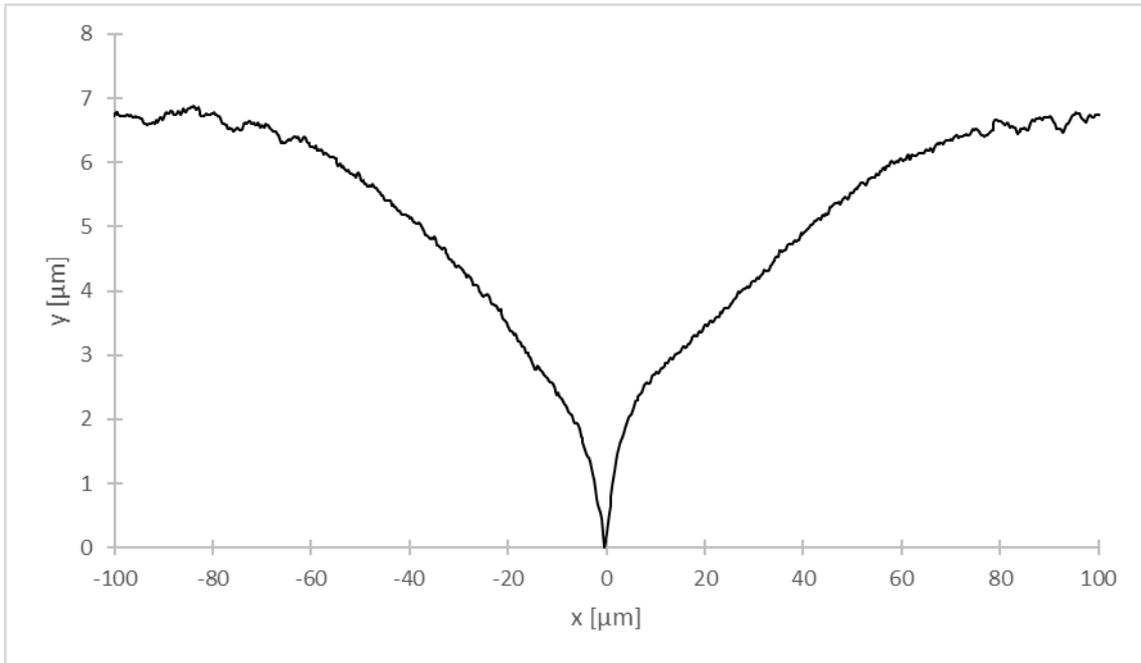


Figura A.51. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = -1^\circ \pm 1^\circ$.

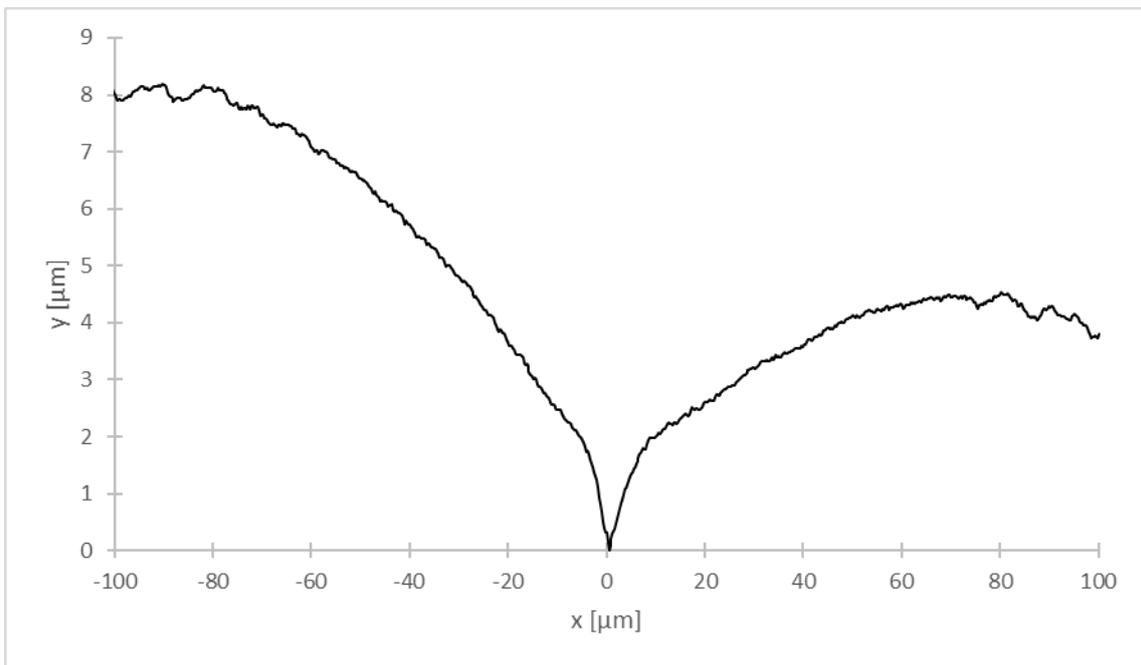


Figura A.52. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$.

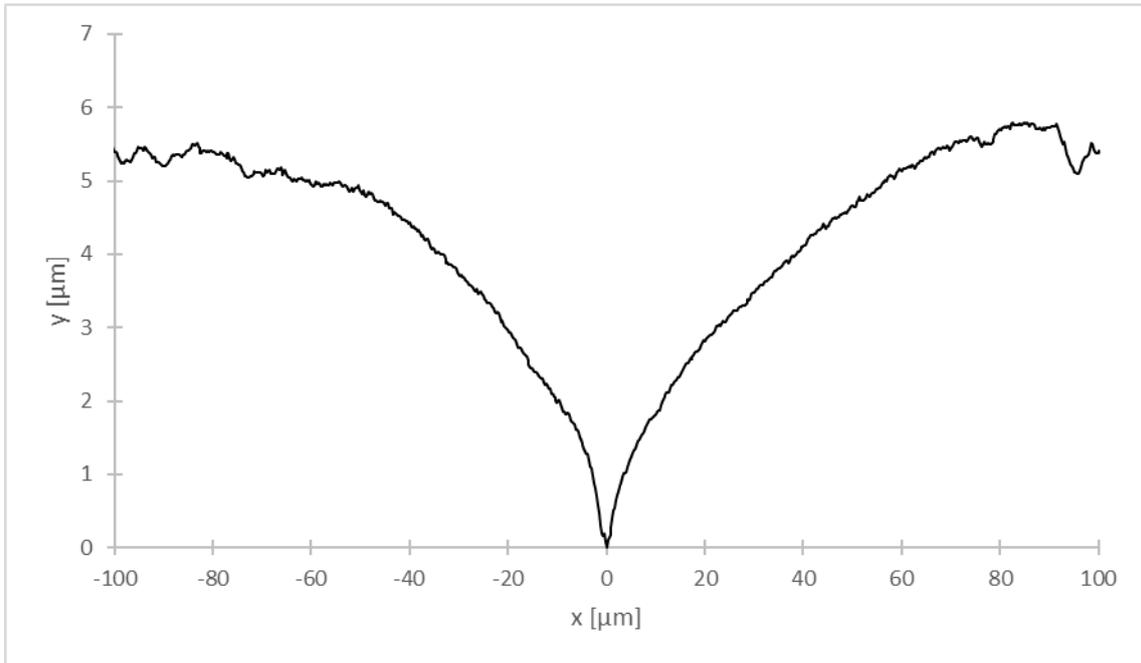


Figura A.53. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$.

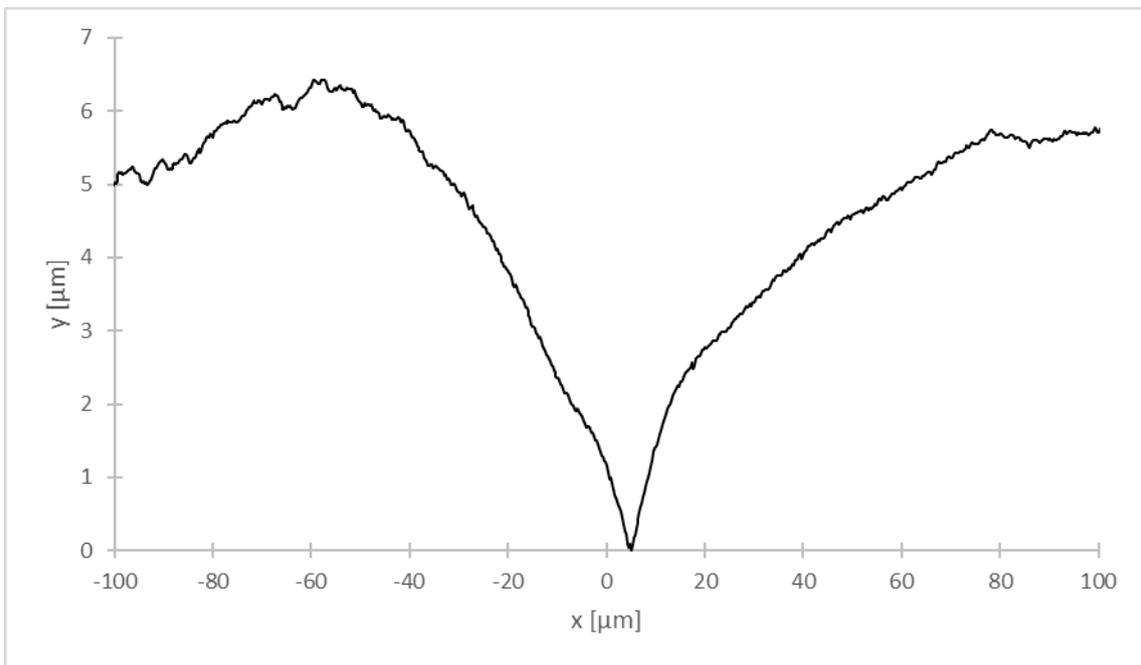


Figura A.54. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

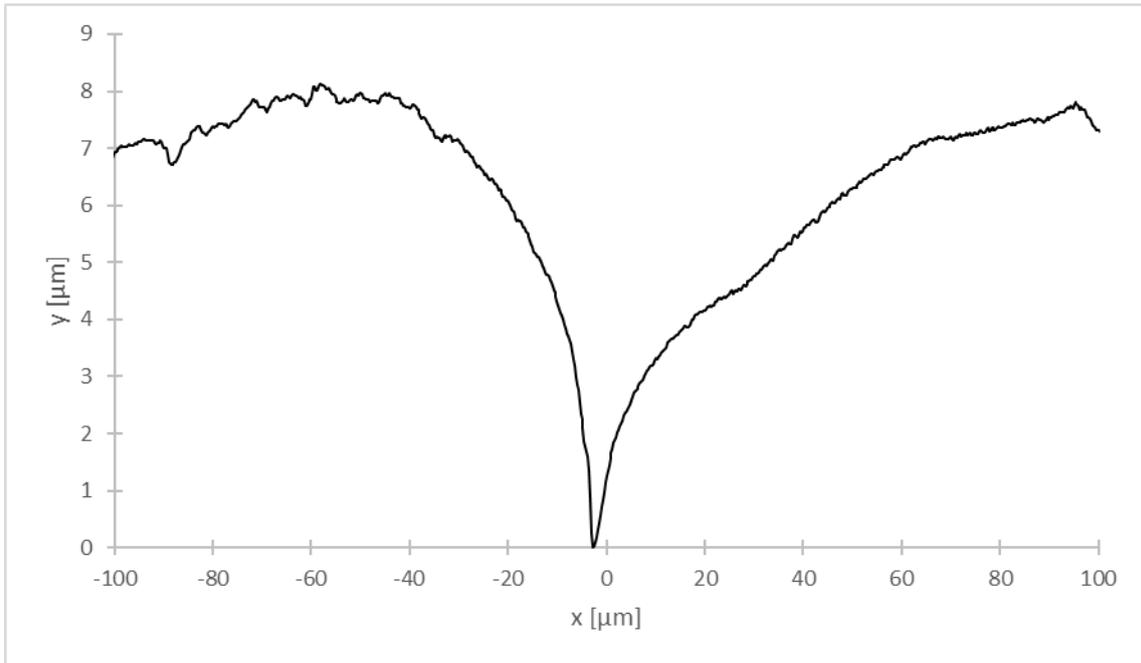


Figura A.55. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$.

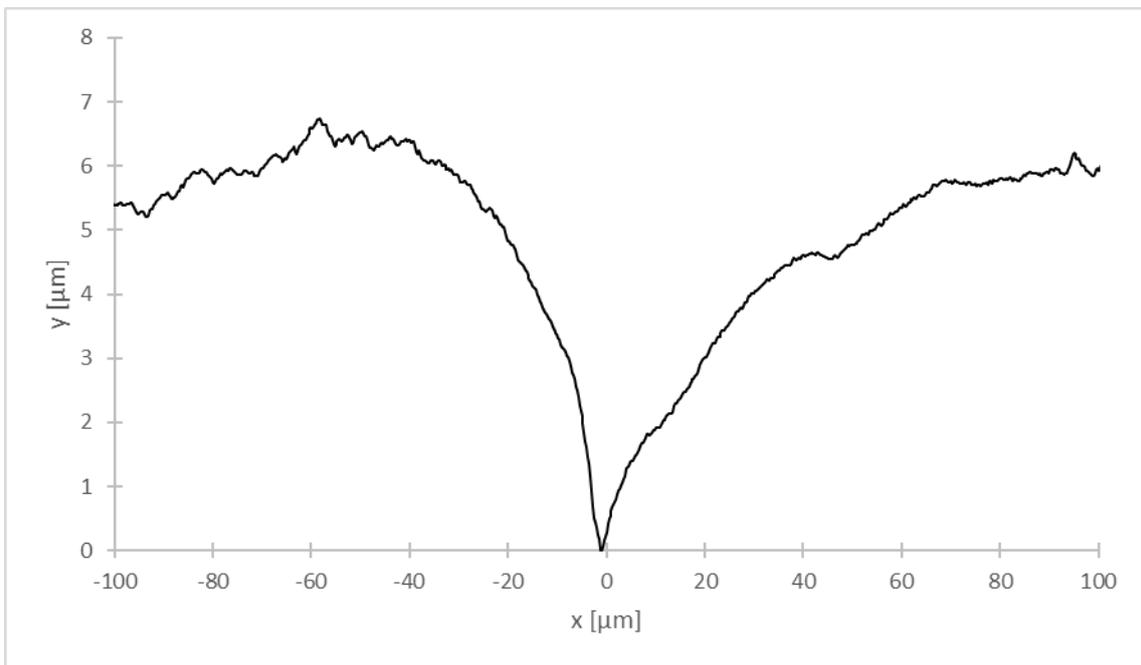


Figura A.56. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$.

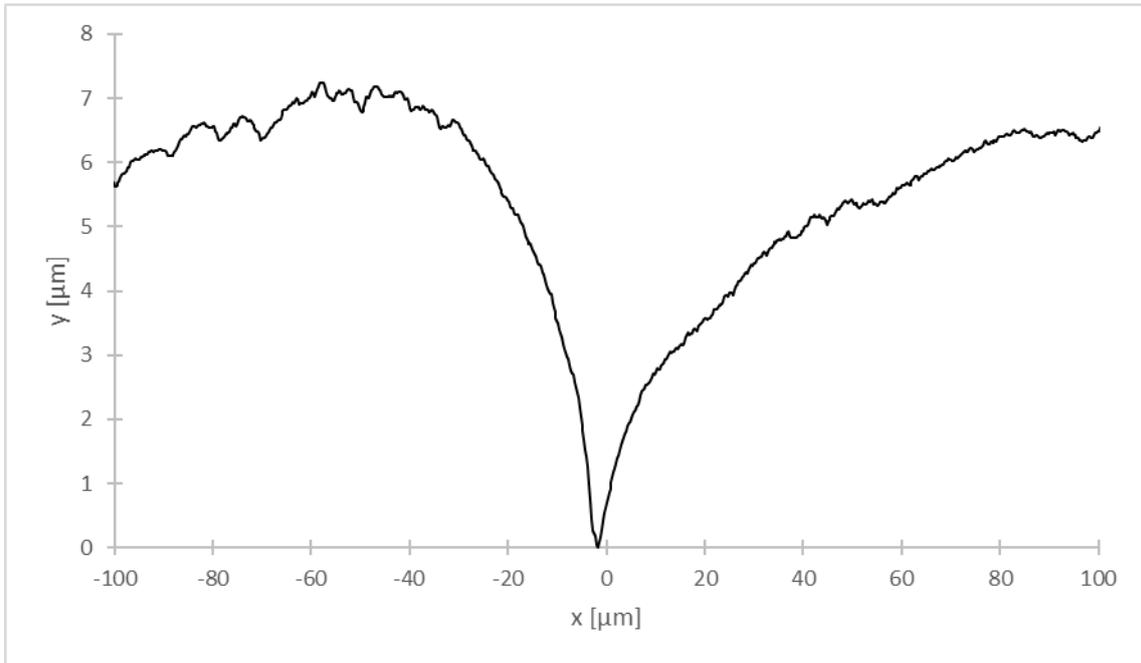


Figura A.57. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 10^\circ \pm 1^\circ$.

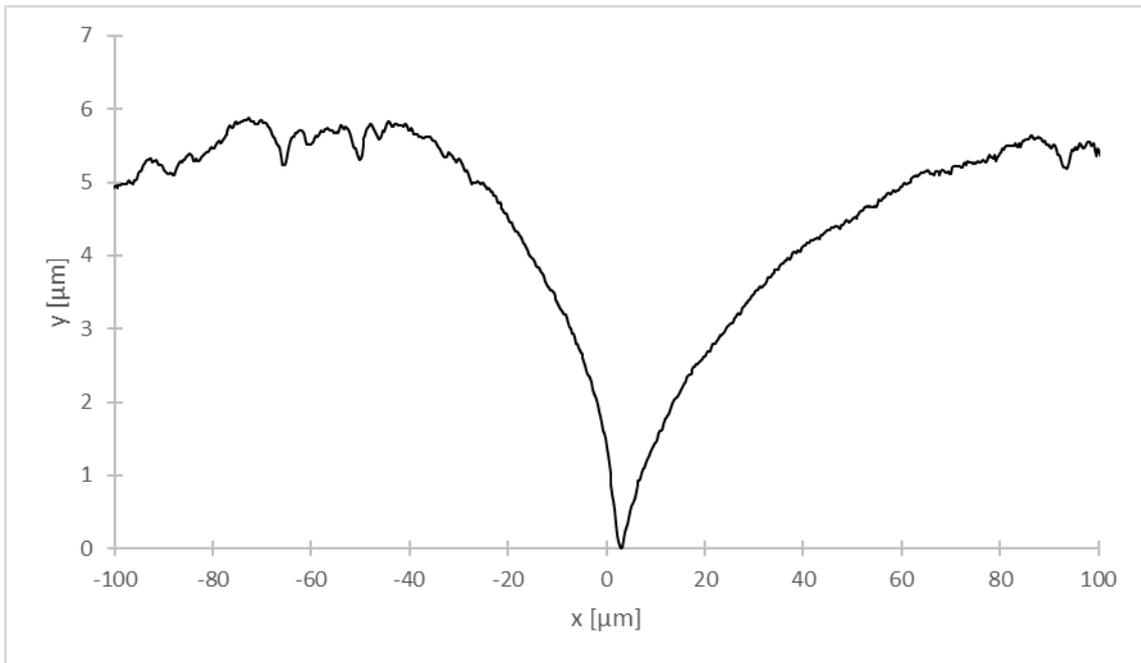


Figura A.58. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 8^\circ \pm 1^\circ$.

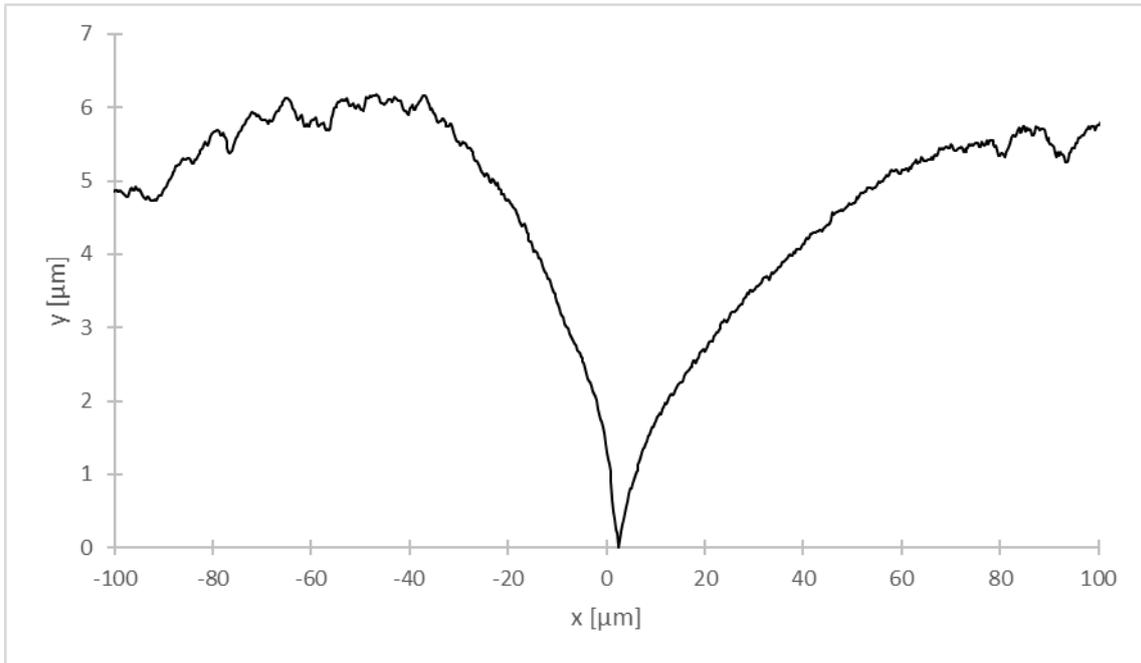


Figura A.59. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 7^\circ \pm 1^\circ$.

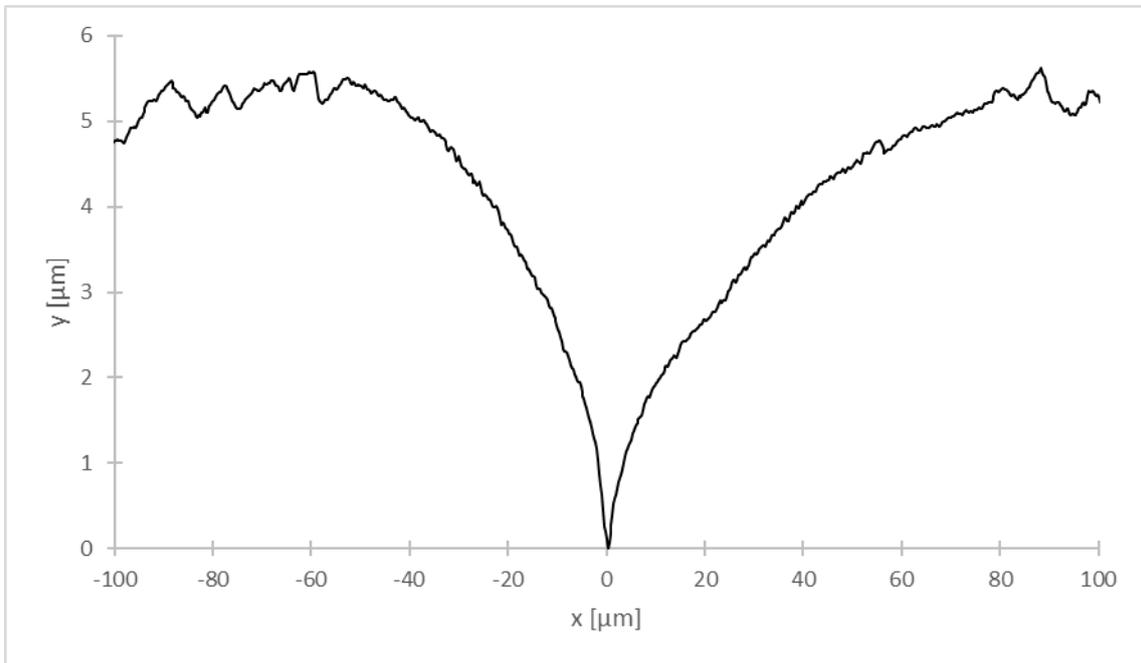


Figura A.60. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 6^\circ \pm 1^\circ$.

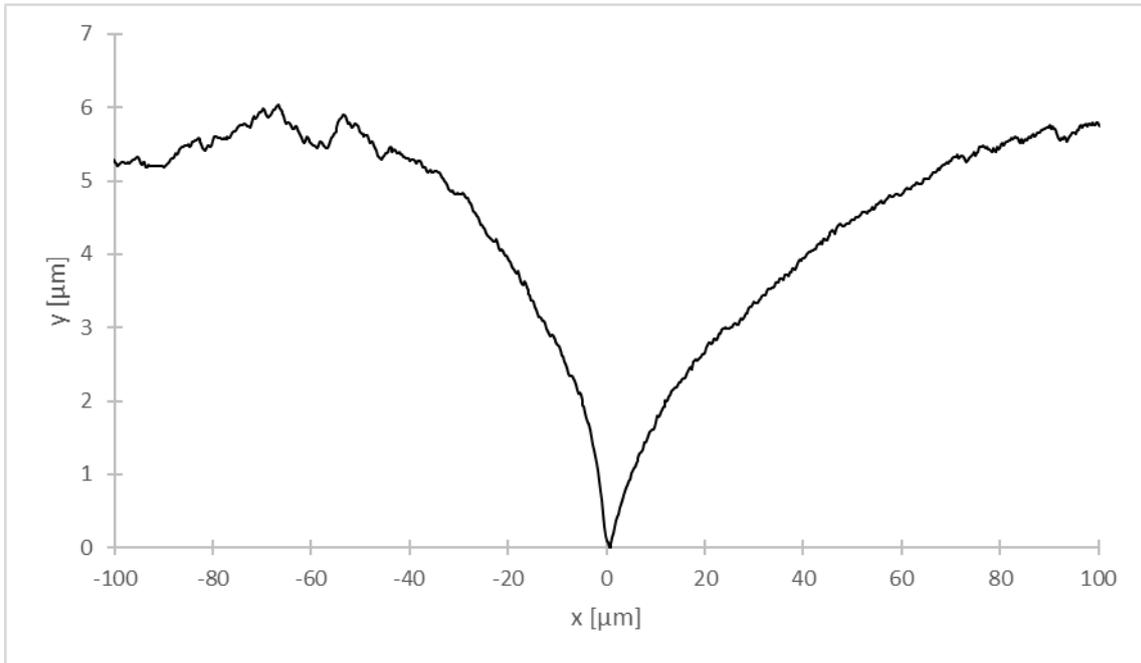


Figura A.61. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 8^\circ \pm 1^\circ$.

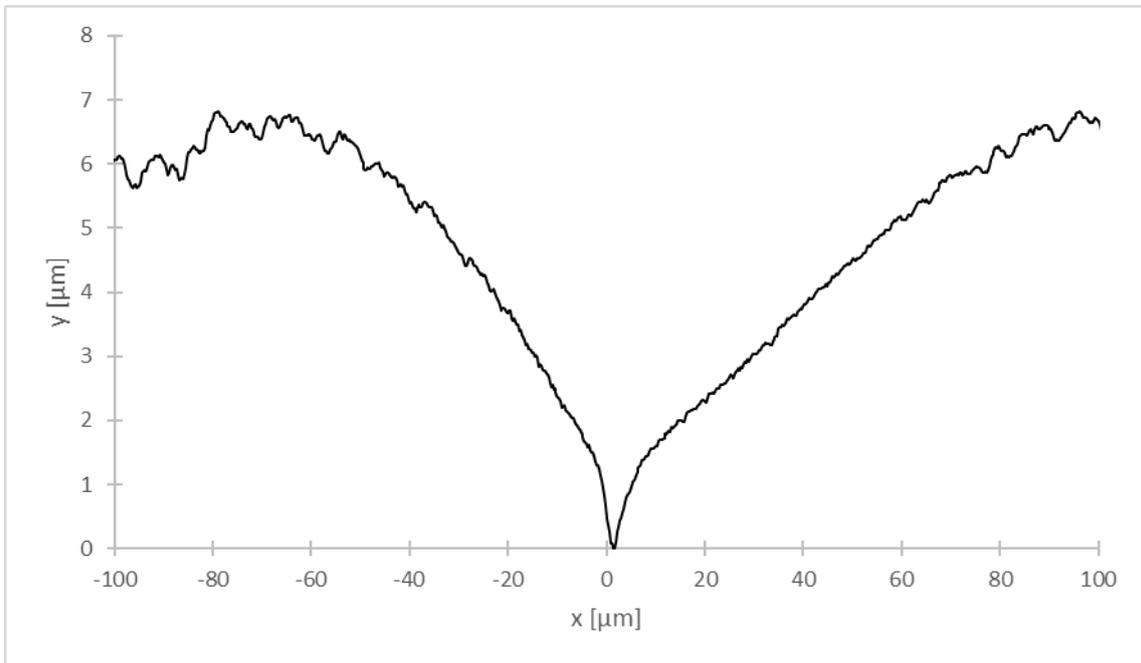


Figura A.62. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 8^\circ \pm 1^\circ$.

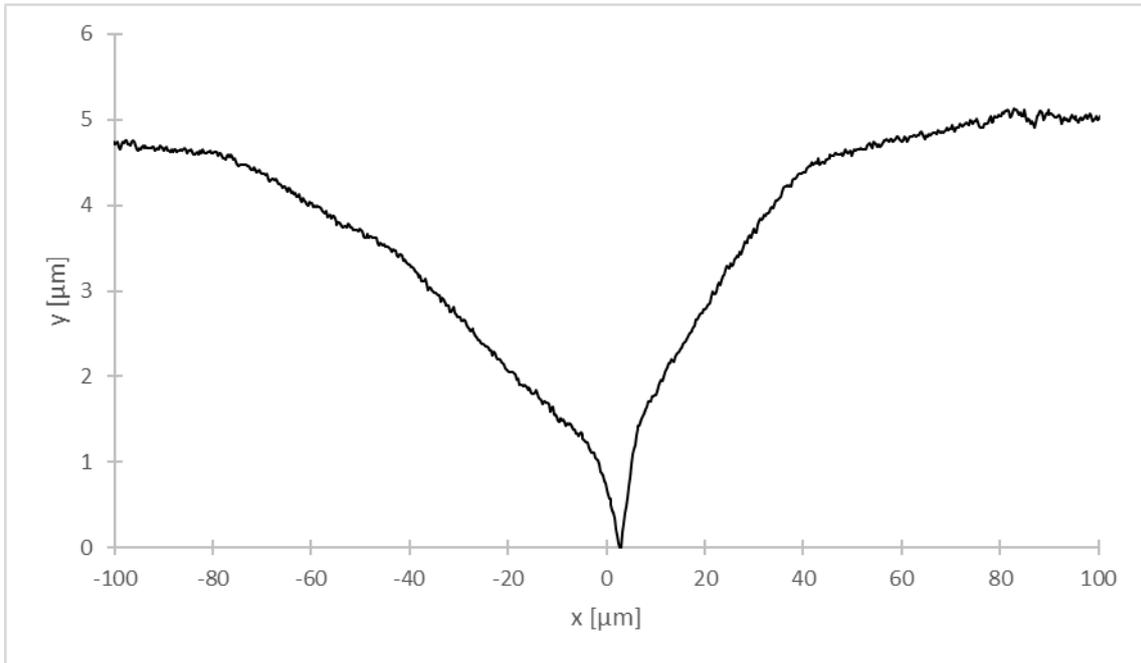


Figura A.63. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = -7^\circ \pm 1^\circ$.

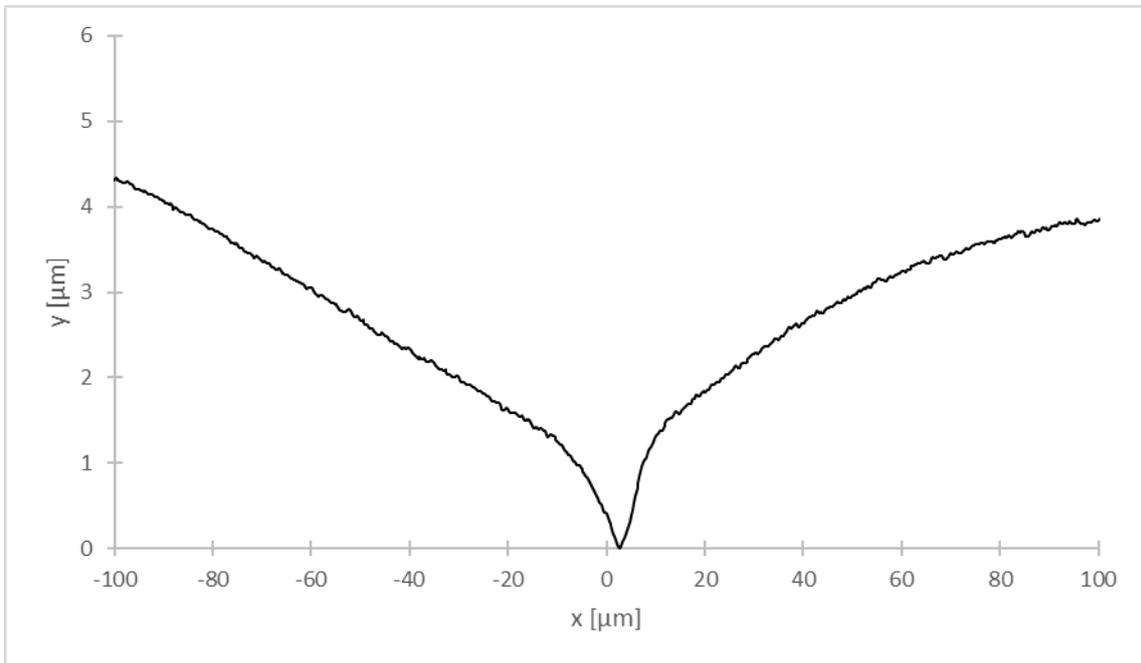


Figura A.64. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = -6^\circ \pm 1^\circ$.

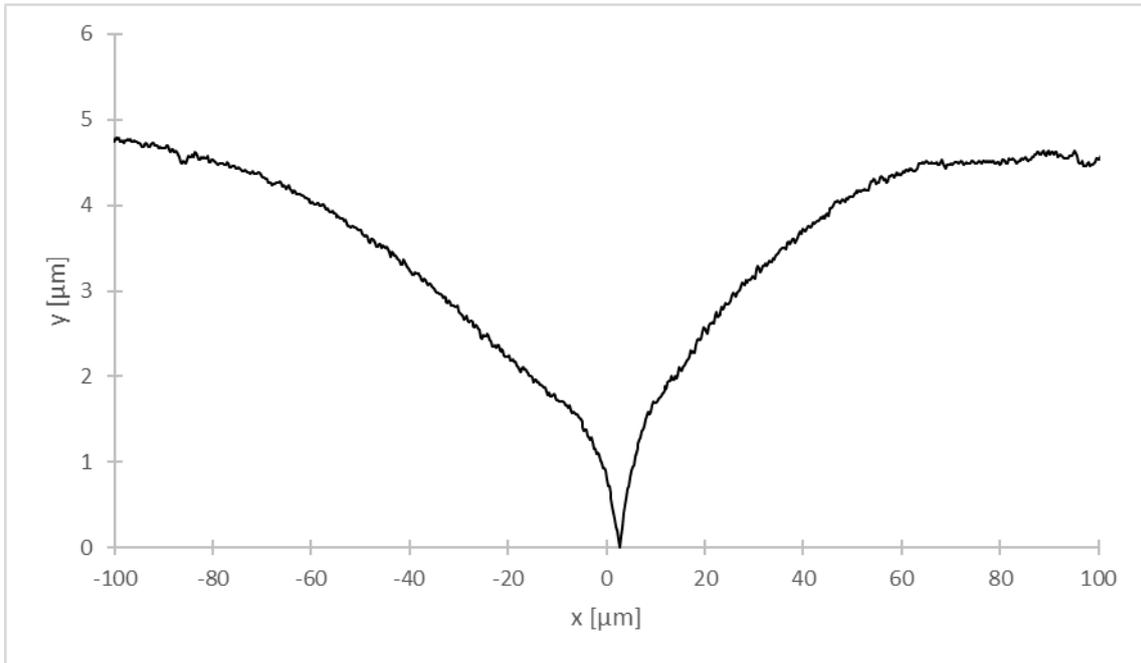


Figura A.65. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$.

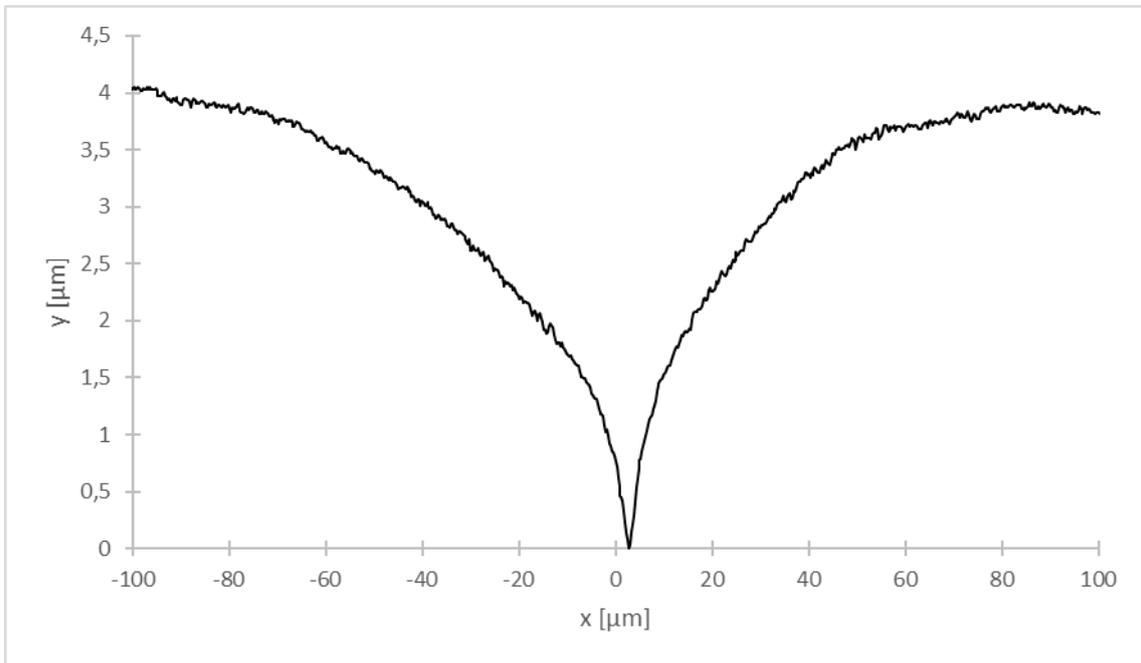


Figura A.66. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -3^\circ \pm 1^\circ$.

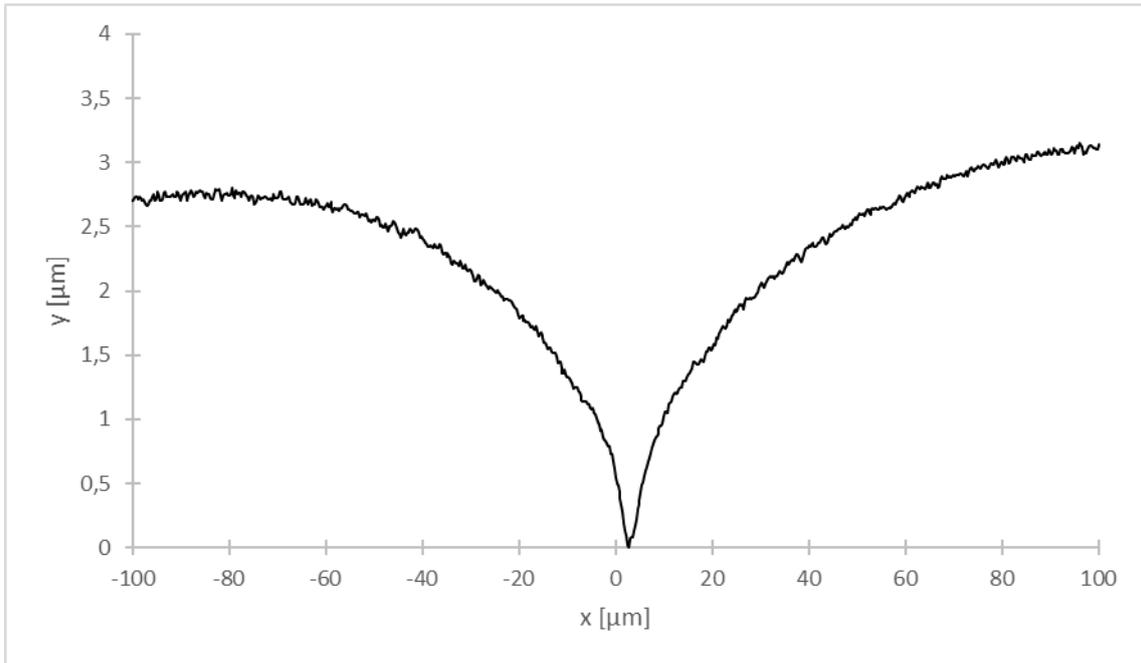


Figura A.67. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 4^\circ \pm 1^\circ$.

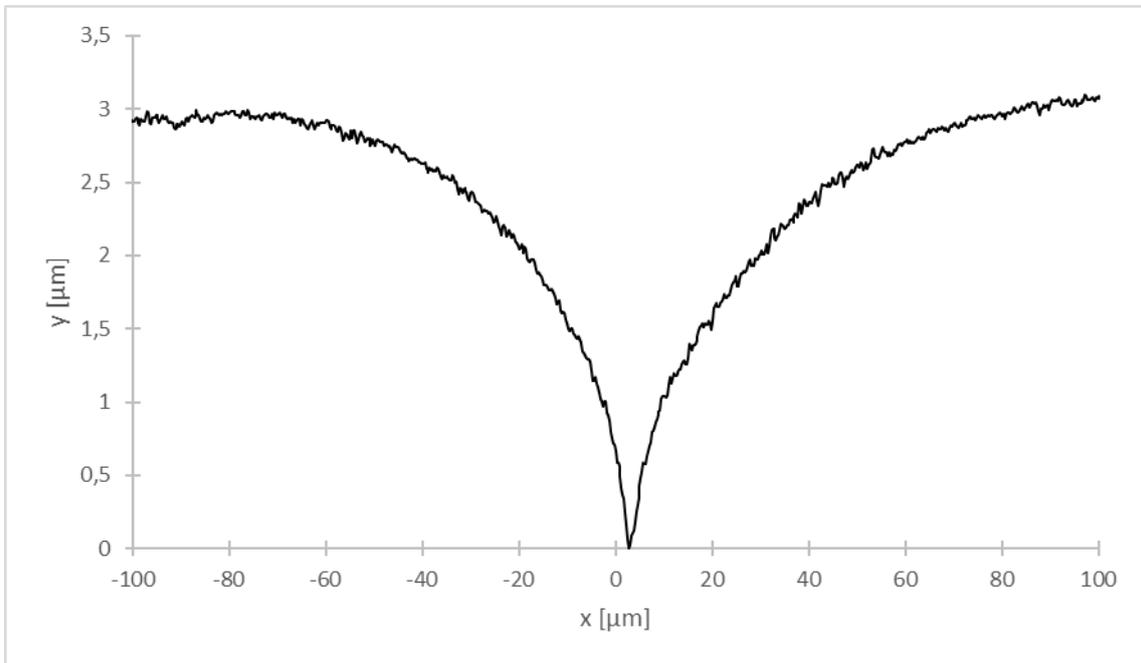


Figura A.68. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 6^\circ \pm 1^\circ$.

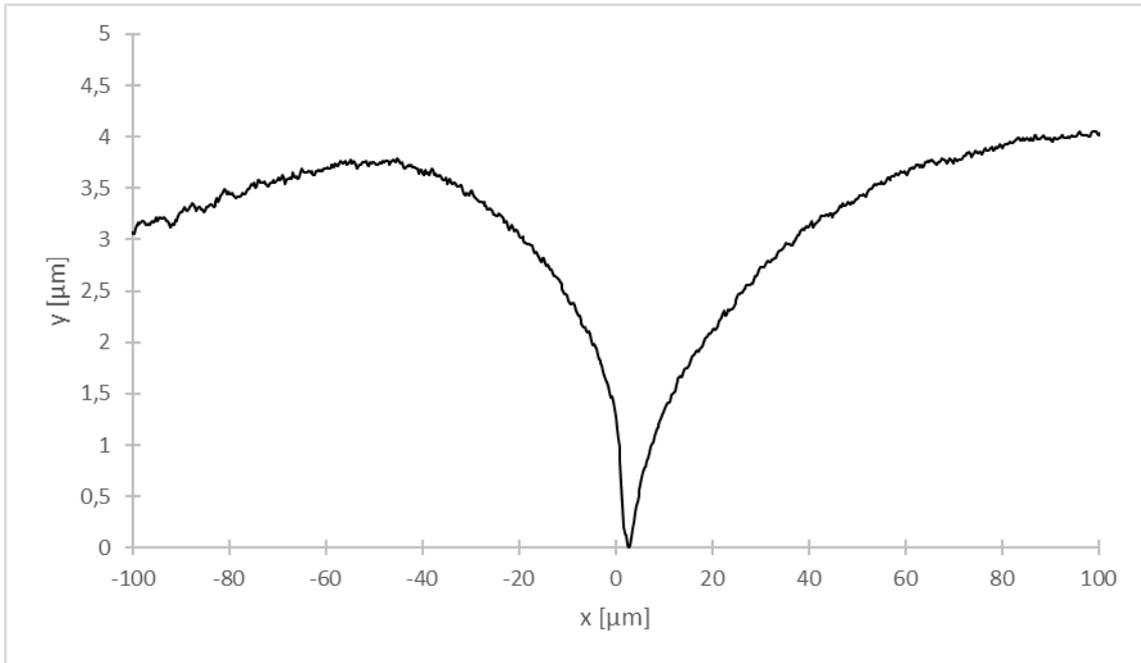


Figura A.69. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 14^\circ \pm 1^\circ$.

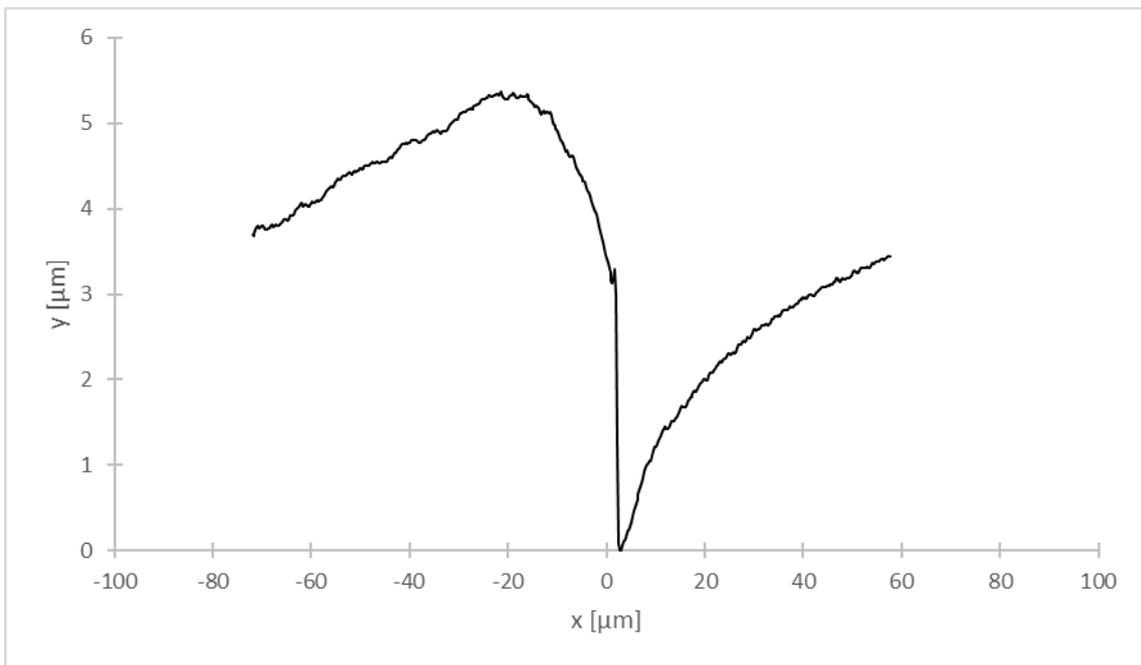


Figura A.70. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 29^\circ \pm 1^\circ$.

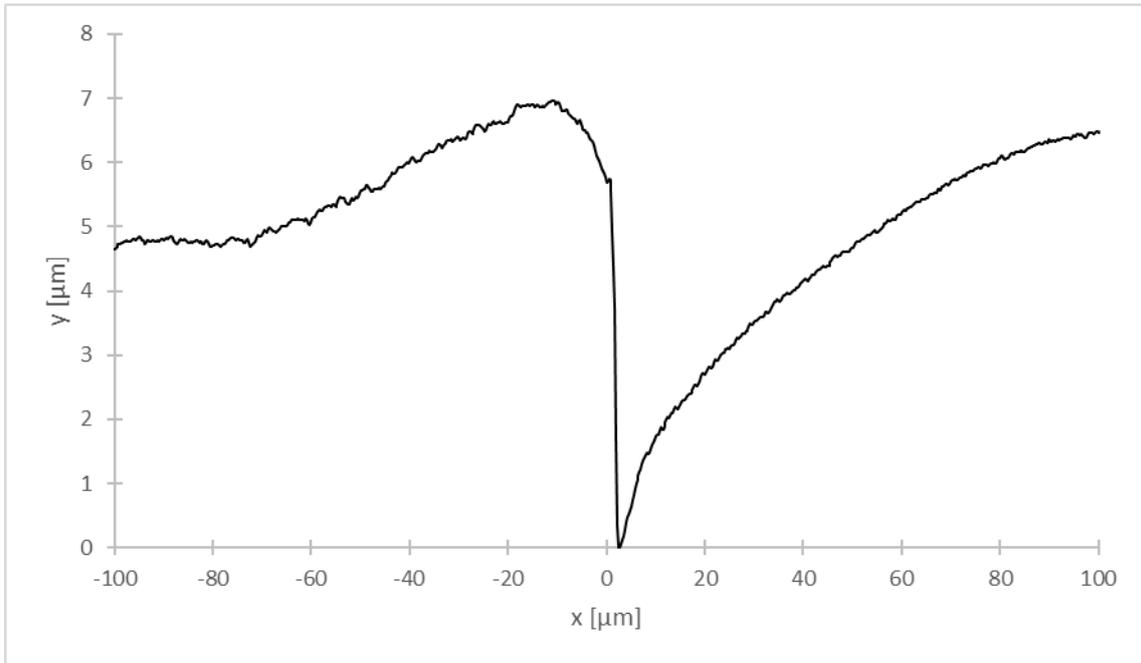


Figura A.71. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 31^\circ \pm 1^\circ$.

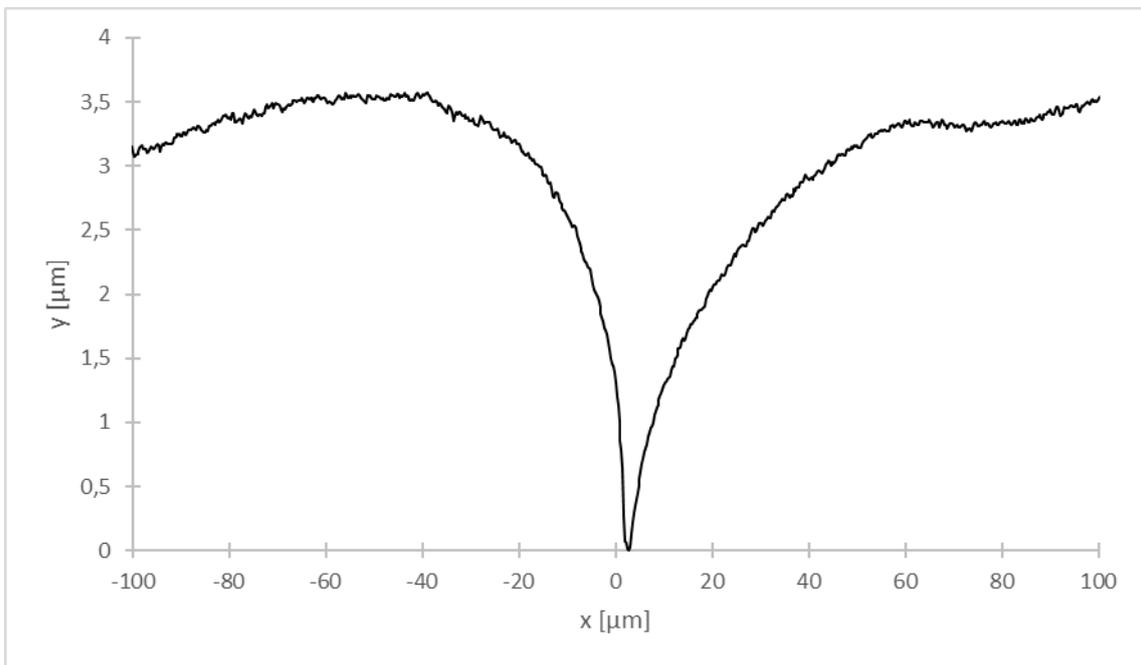


Figura A.72. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 15^\circ \pm 1^\circ$.

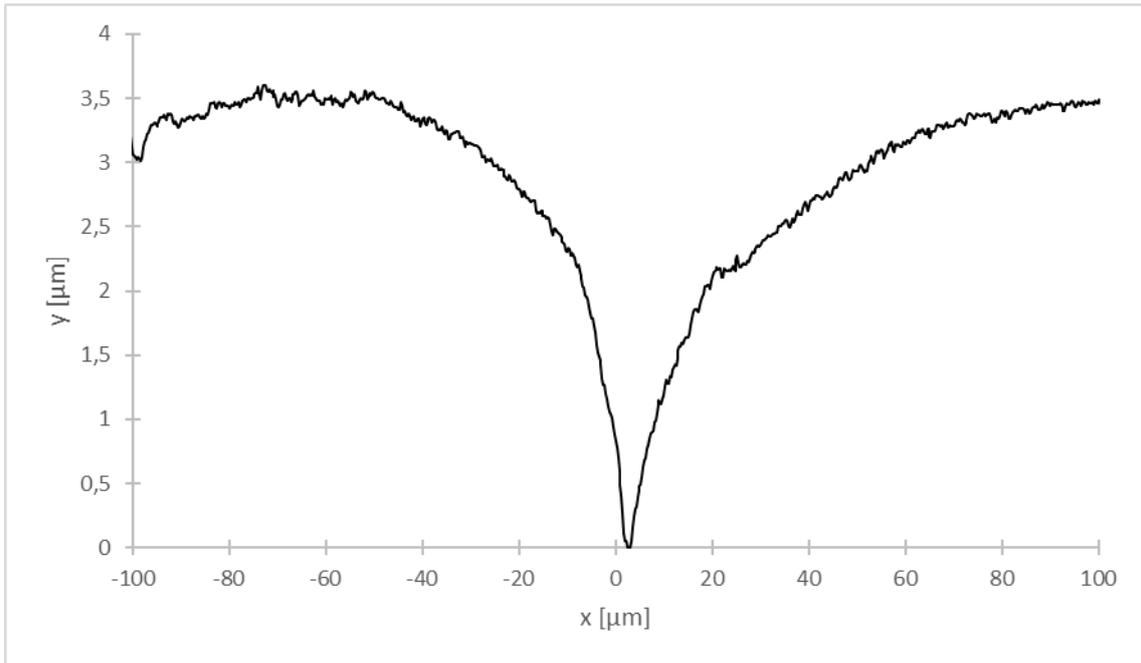


Figura A.73. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$.

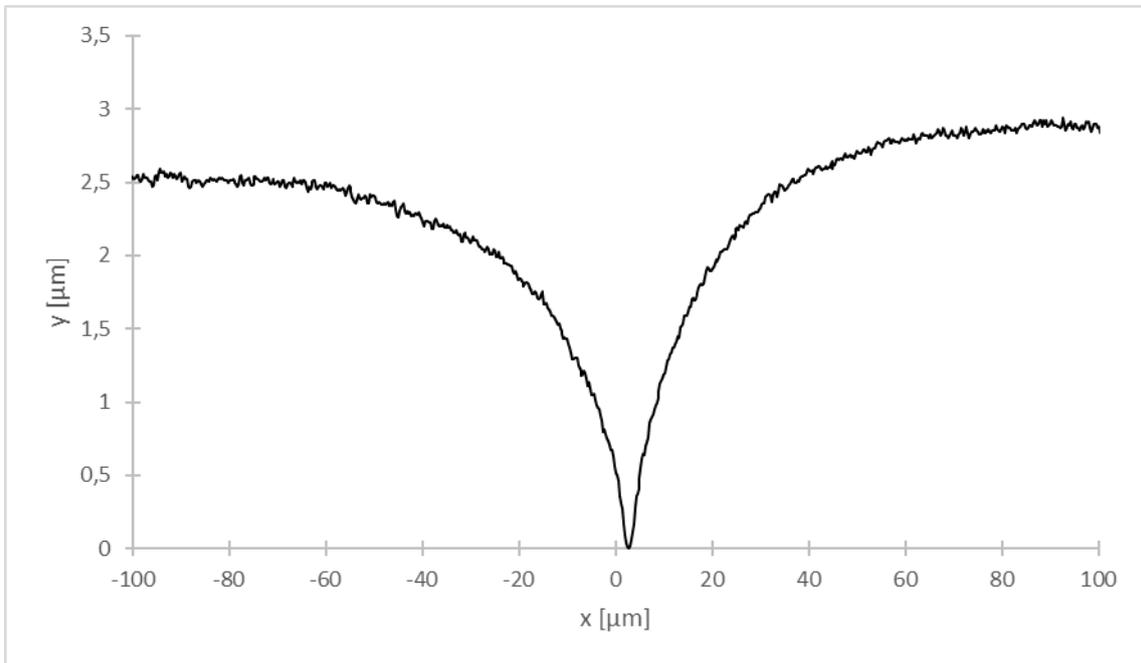


Figura A.74. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

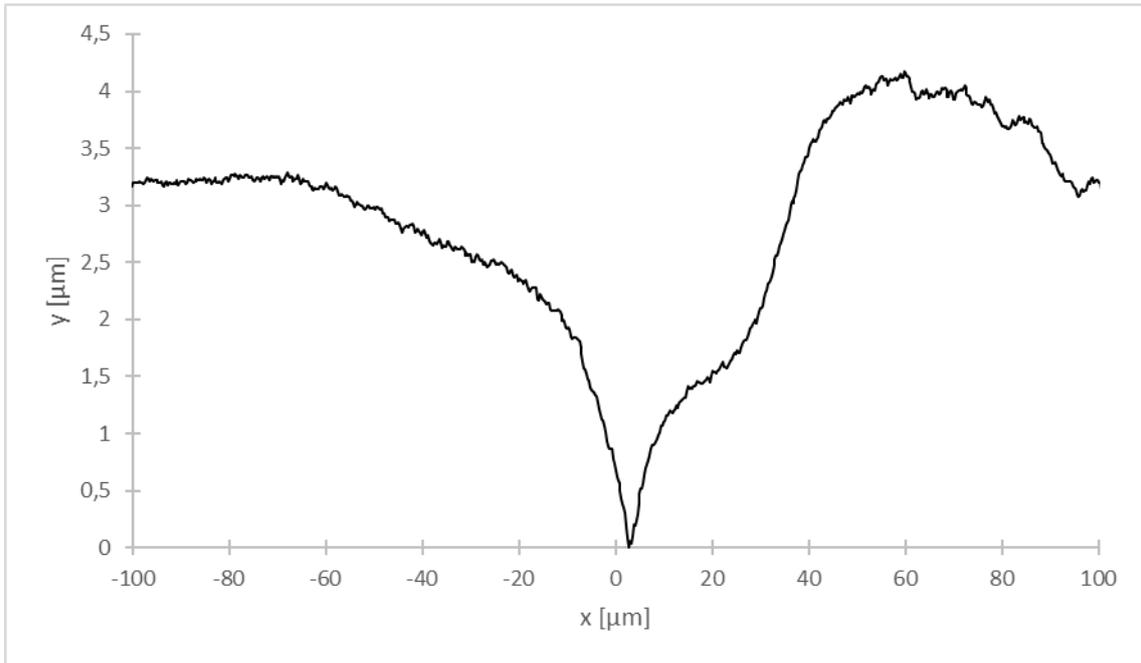


Figura A.75. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -2^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 25 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

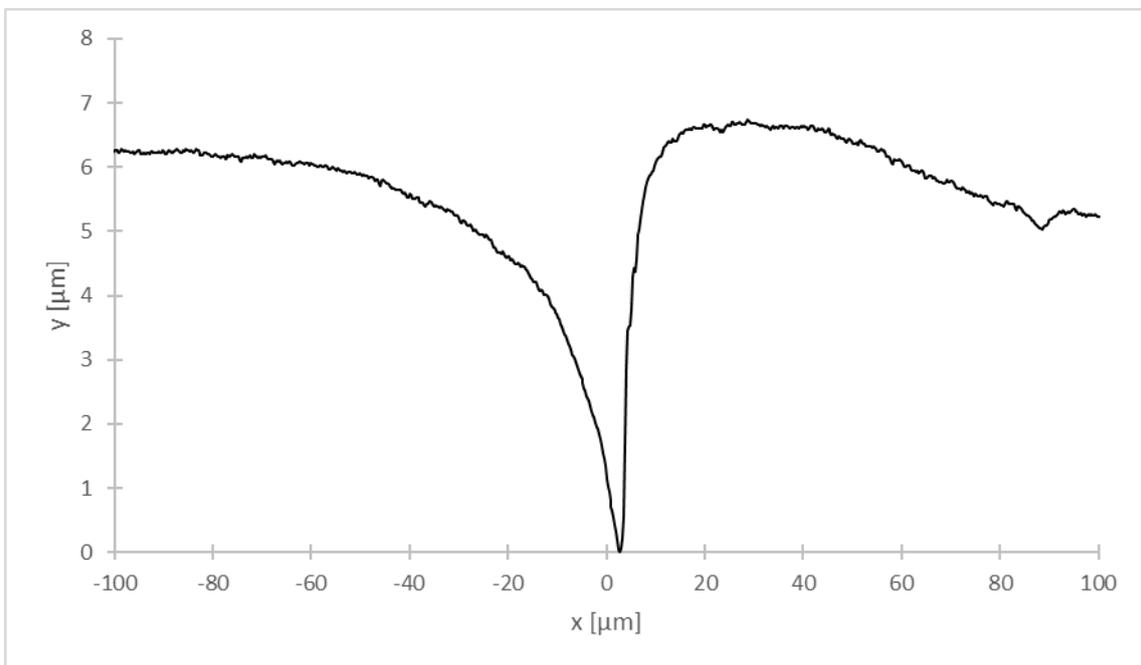


Figura A.76. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -27^\circ \pm 1^\circ$.

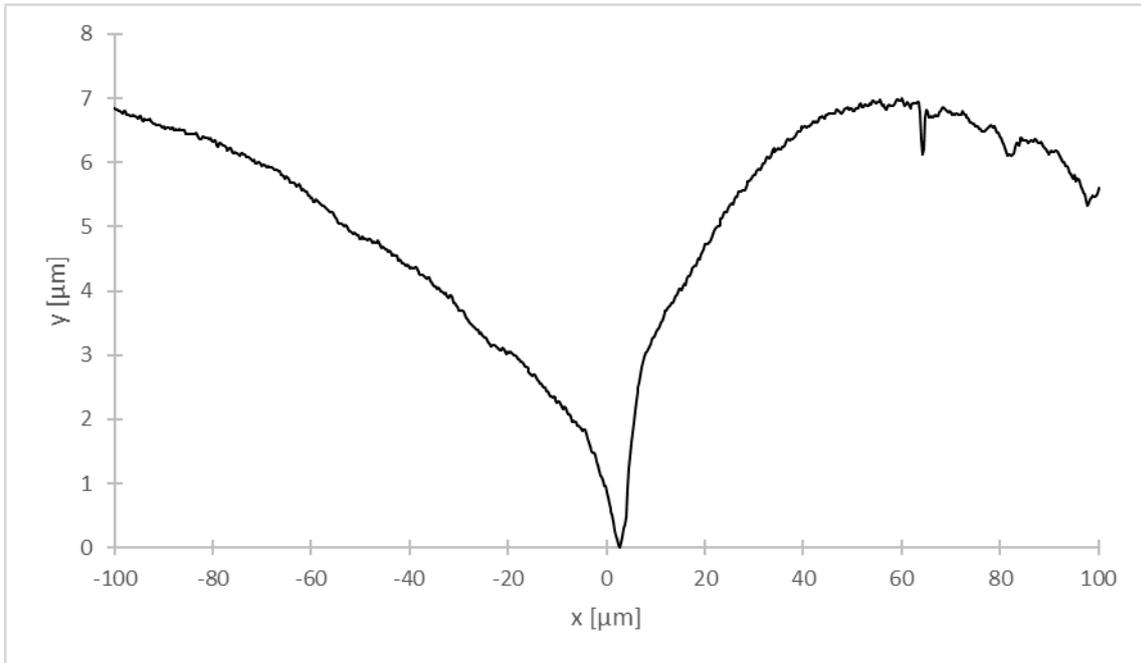


Figura A.77. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = -17^\circ \pm 1^\circ$.

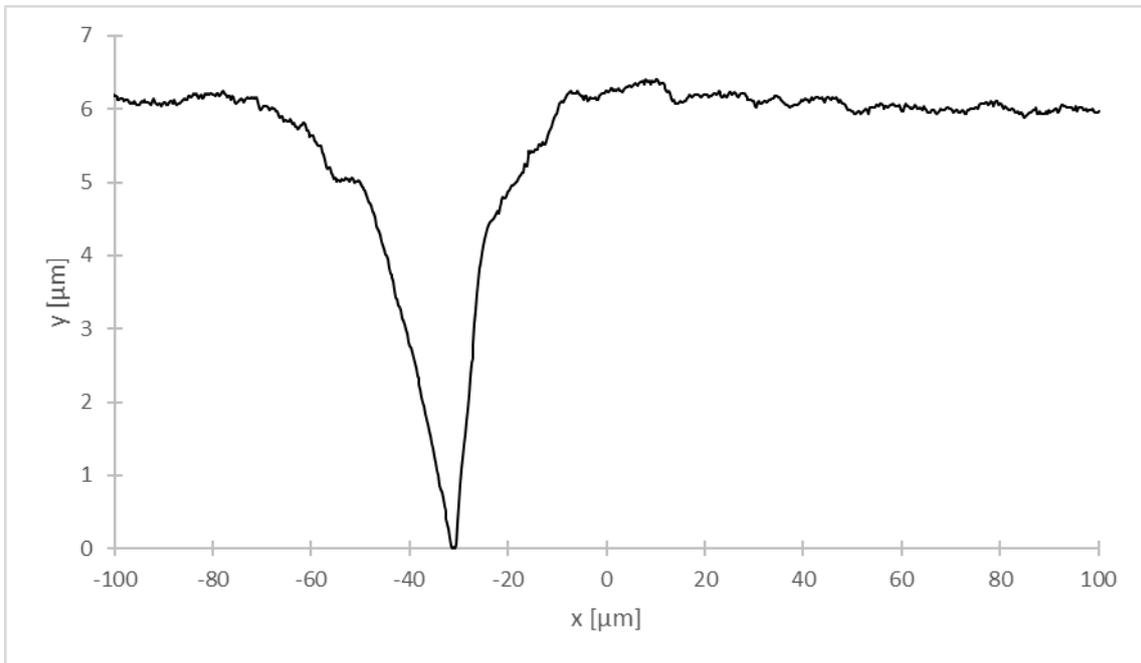


Figura A.78. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = -5^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -30 \mu\text{m}$.

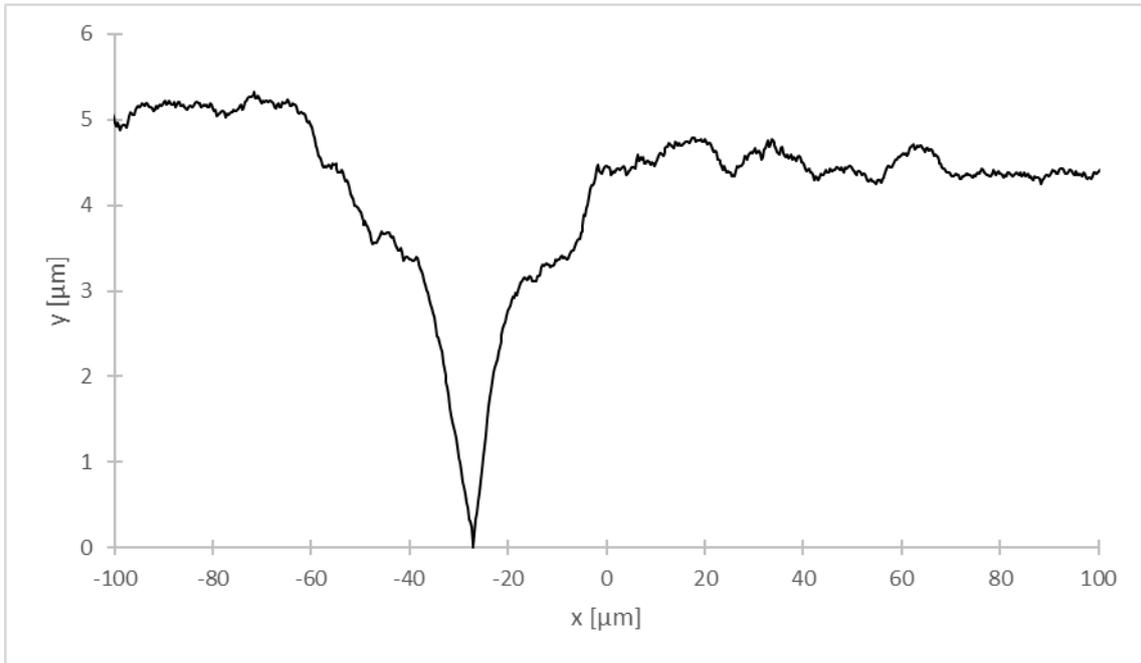


Figura A.79. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 5^\circ \pm 1$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -30 \mu\text{m}$.

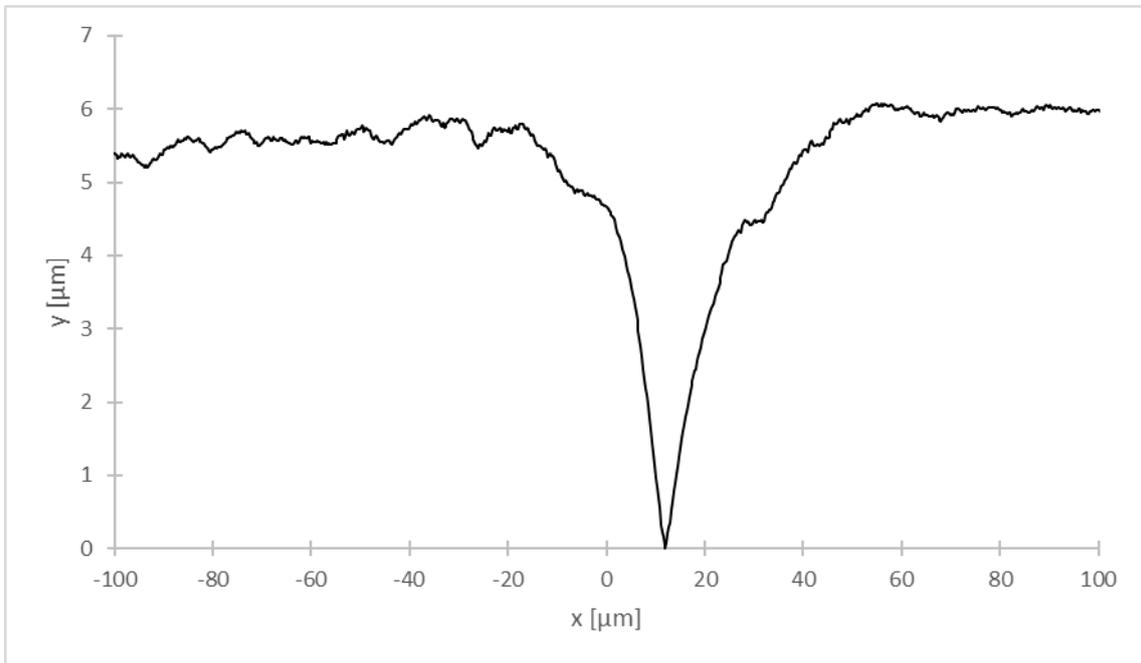


Figura A.80. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 10^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 30 \mu\text{m}$.

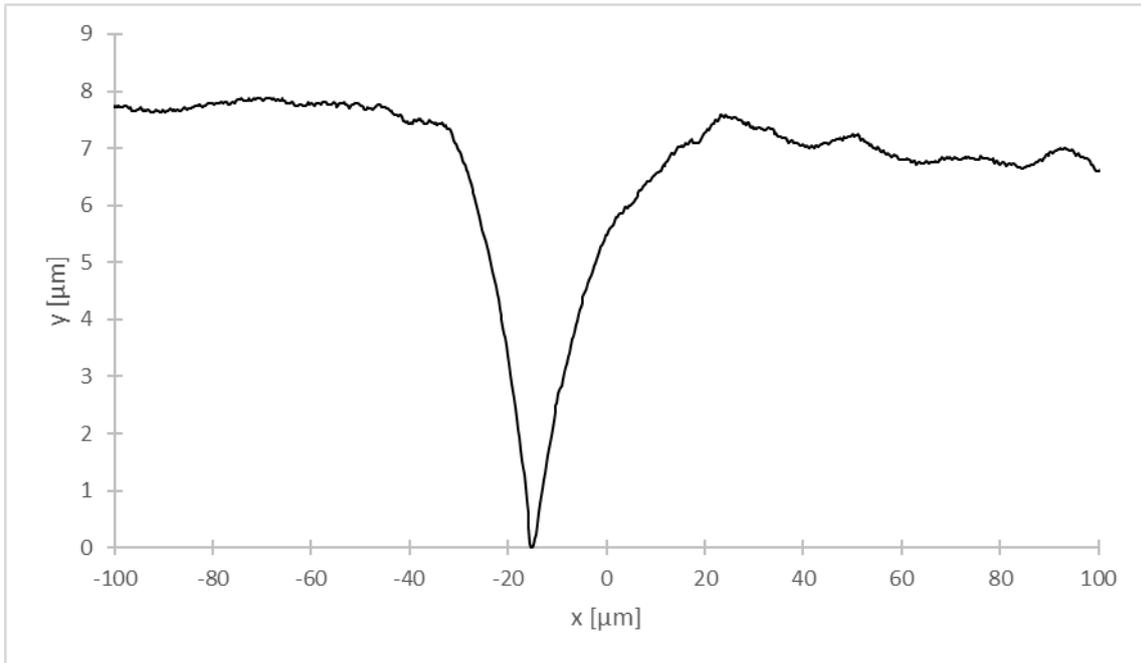


Figura A.81. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 16^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -20 \mu\text{m}$.

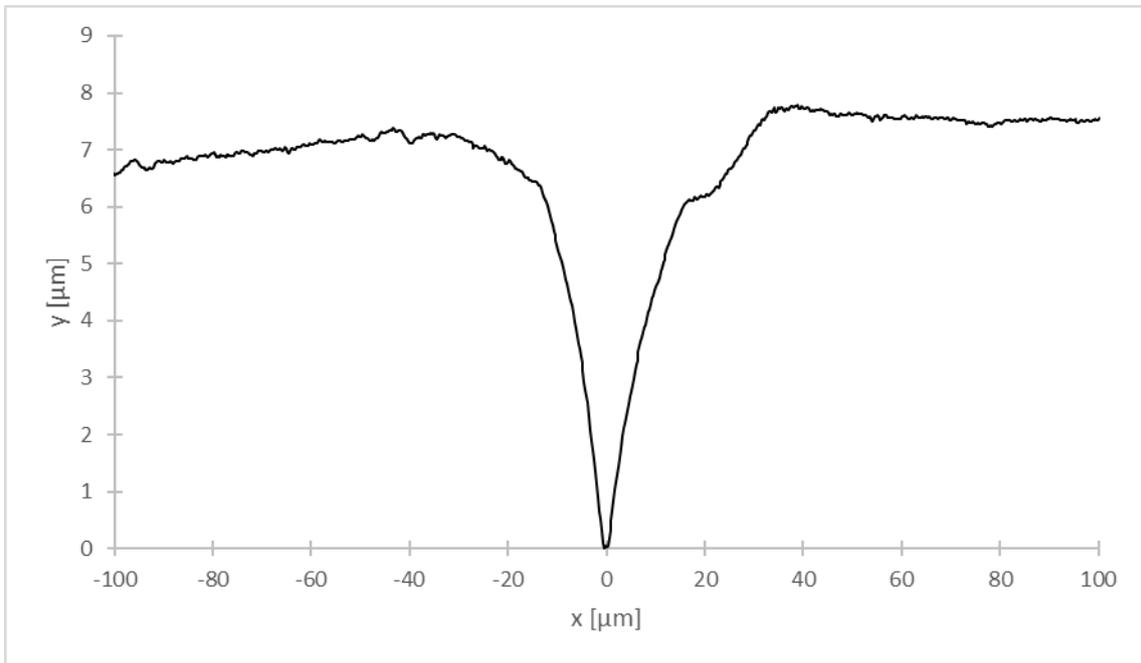


Figura A.82. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 22^\circ \pm 1^\circ$.

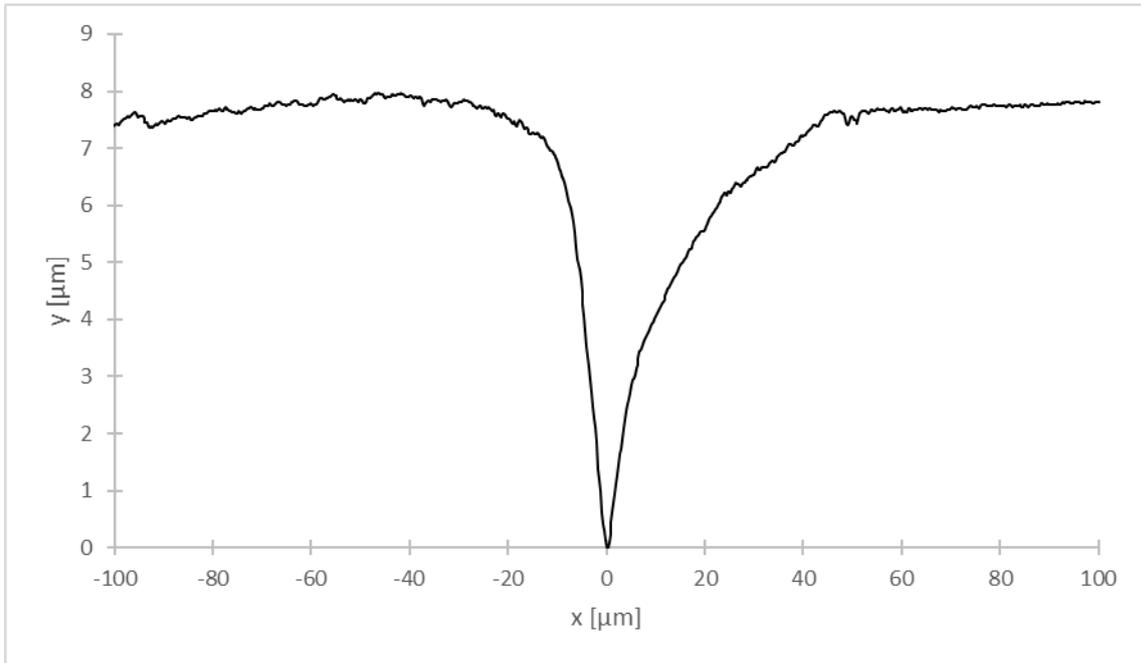


Figura A.83. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 31^\circ \pm 1^\circ$.

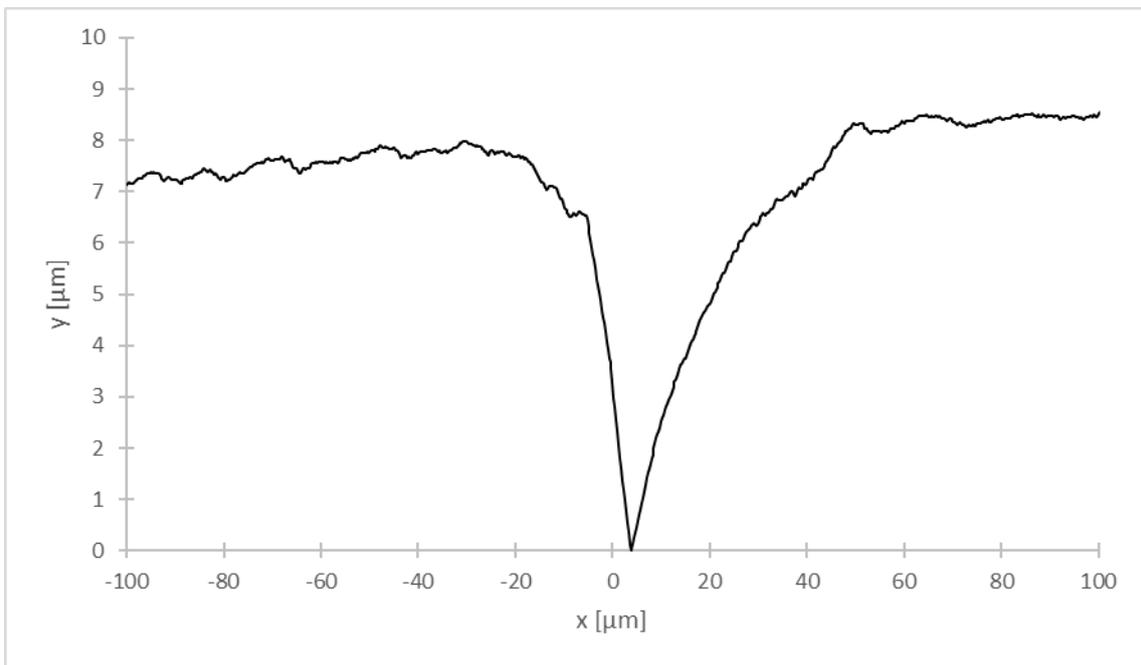


Figura A.84. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 24^\circ \pm 1^\circ$.

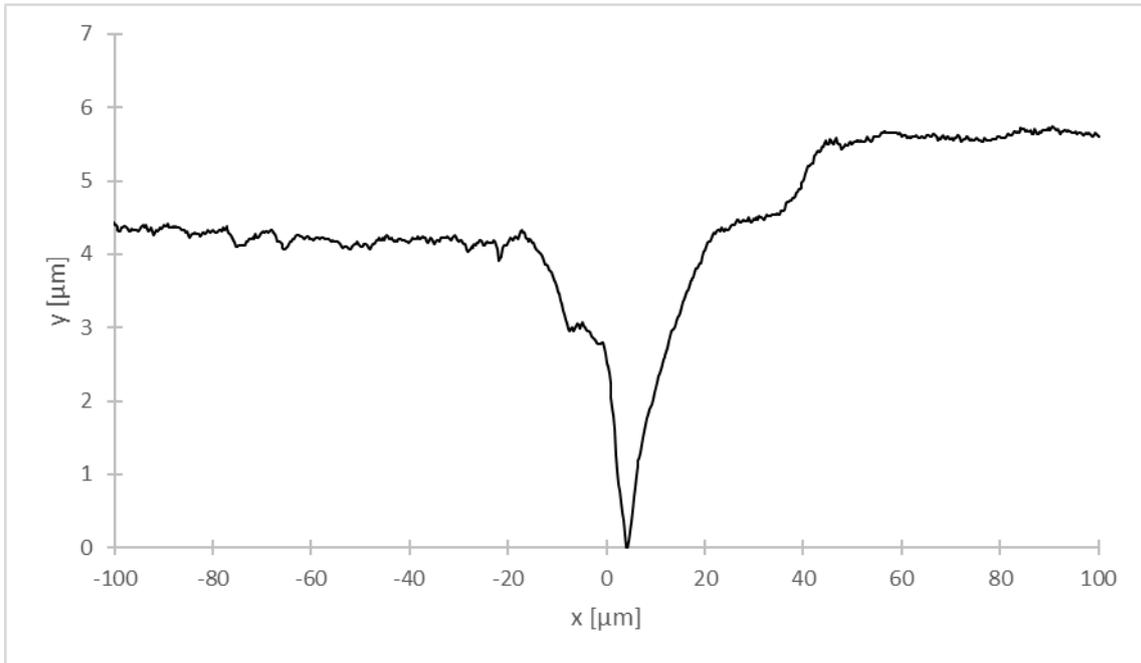


Figura A.85. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 14^\circ \pm 1^\circ$.

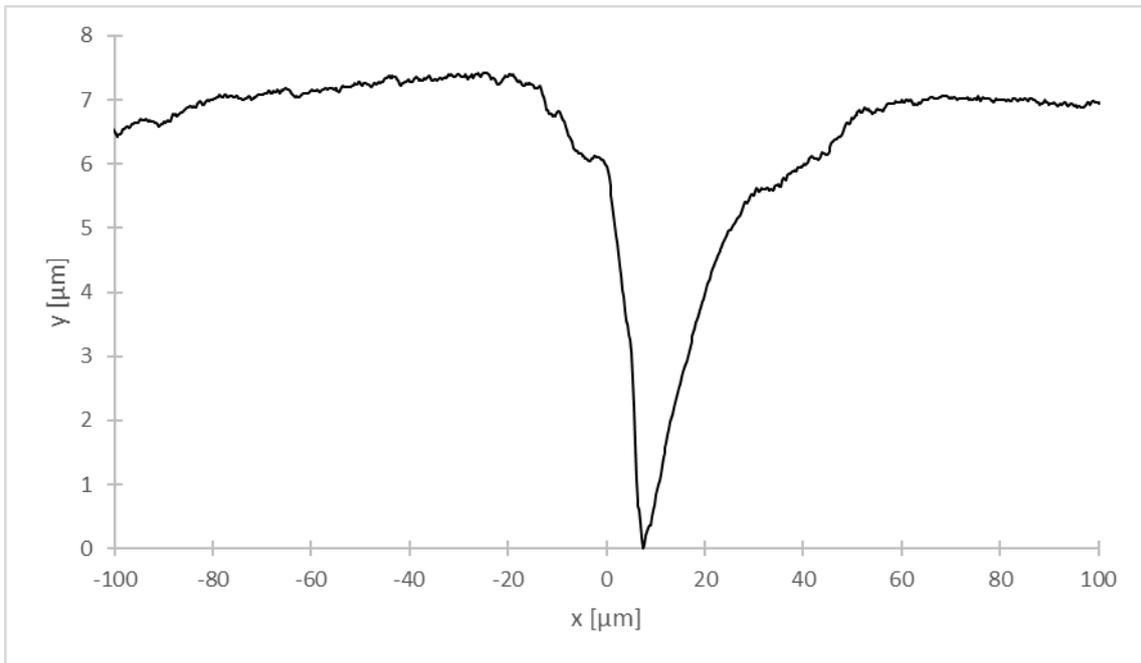


Figura A.86. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 19^\circ \pm 1^\circ$.

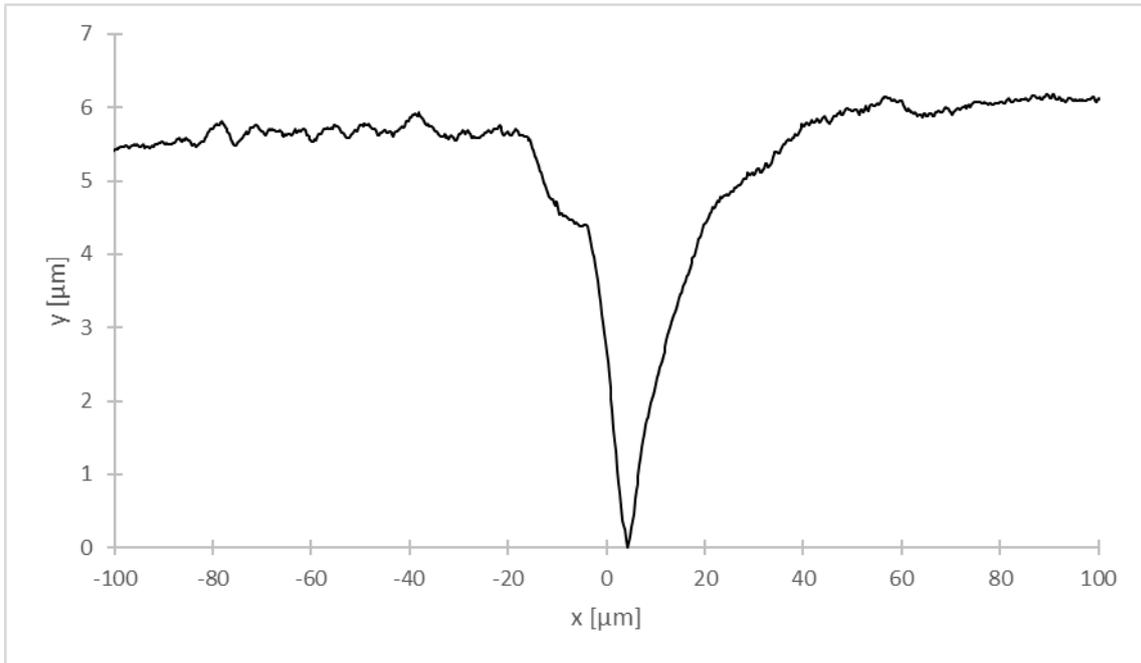


Figura A.87. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 13^\circ \pm 1^\circ$.

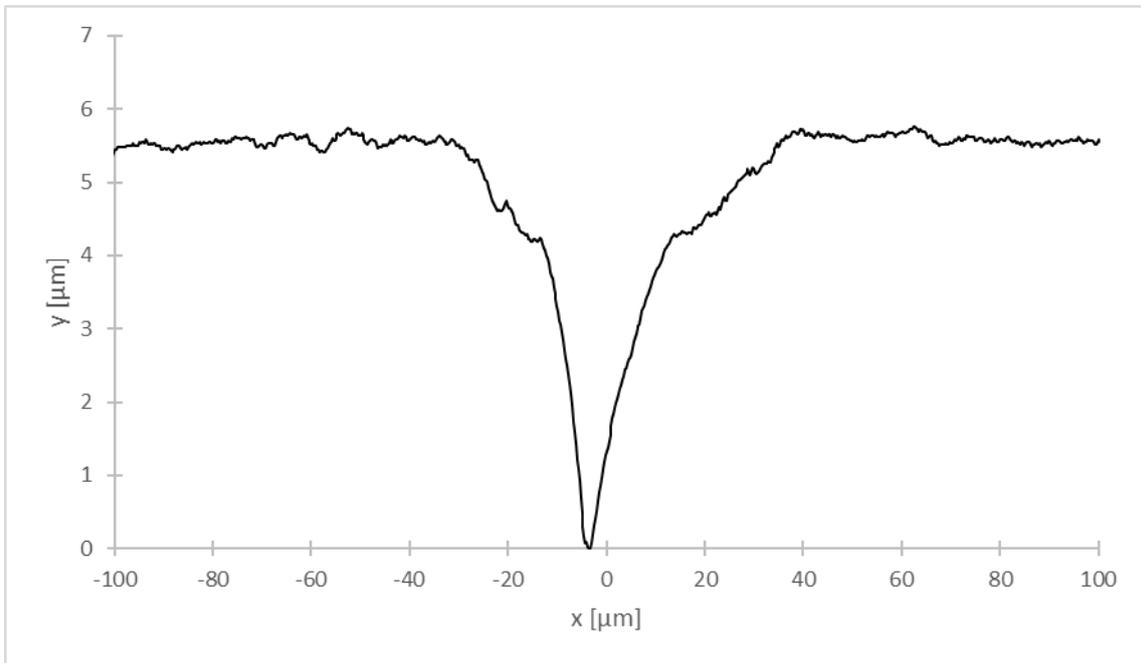


Figura A.88. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 12^\circ \pm 1^\circ$.

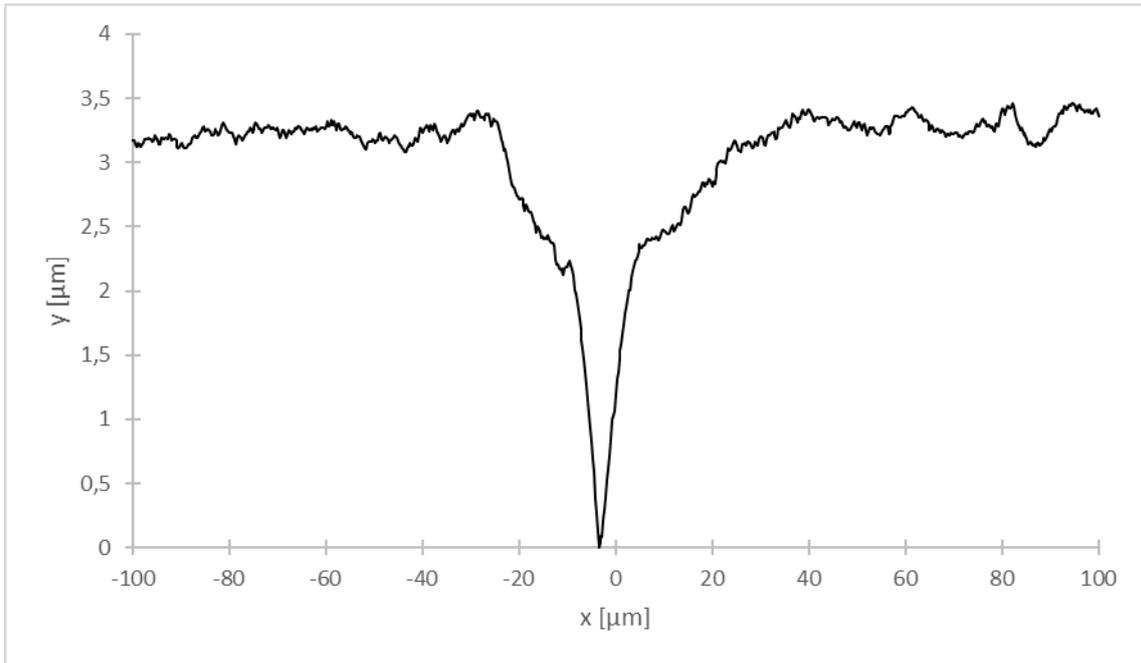


Figura A.89. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 7^\circ \pm 1^\circ$.

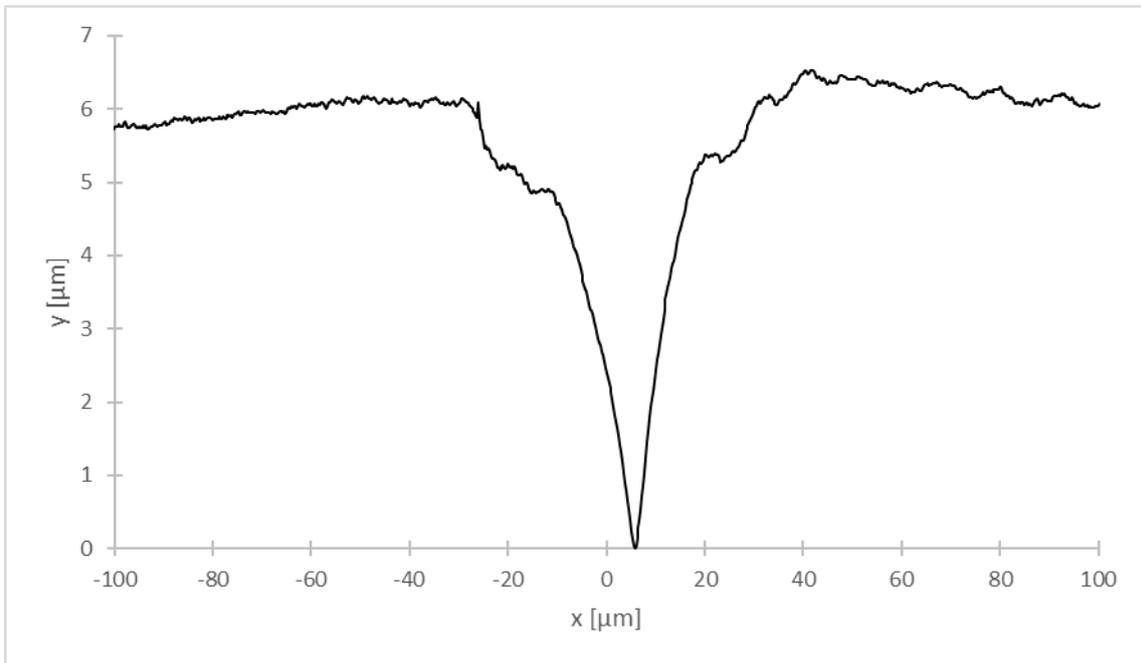


Figura A.90. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -2^\circ \pm 1^\circ$.

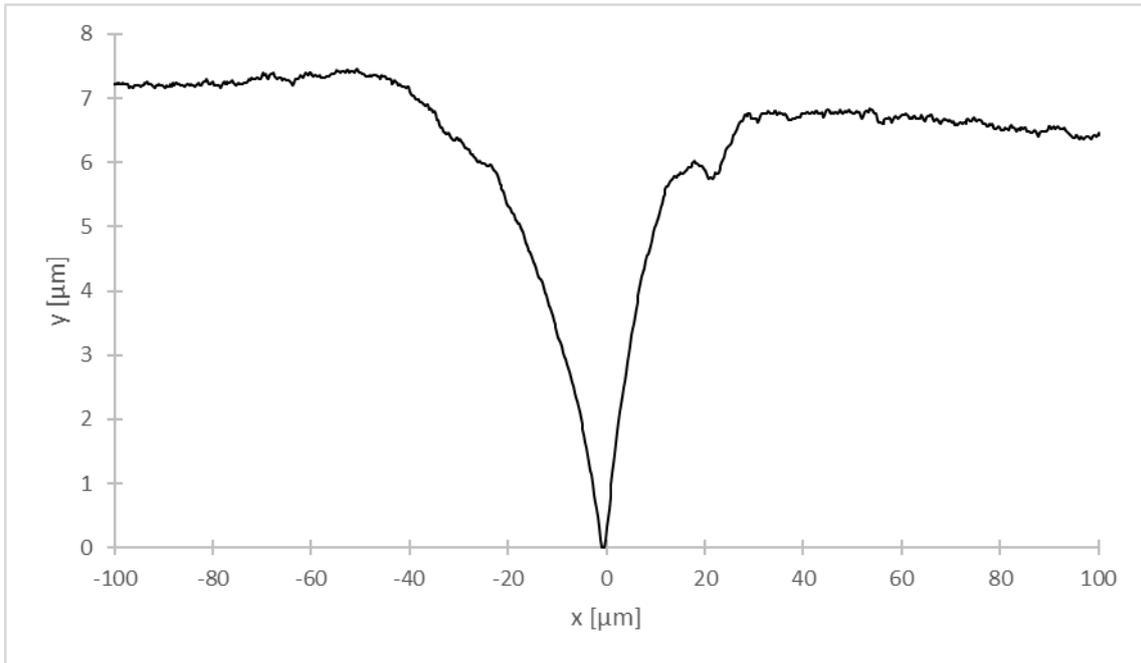


Figura A.91. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -3^\circ \pm 1^\circ$.

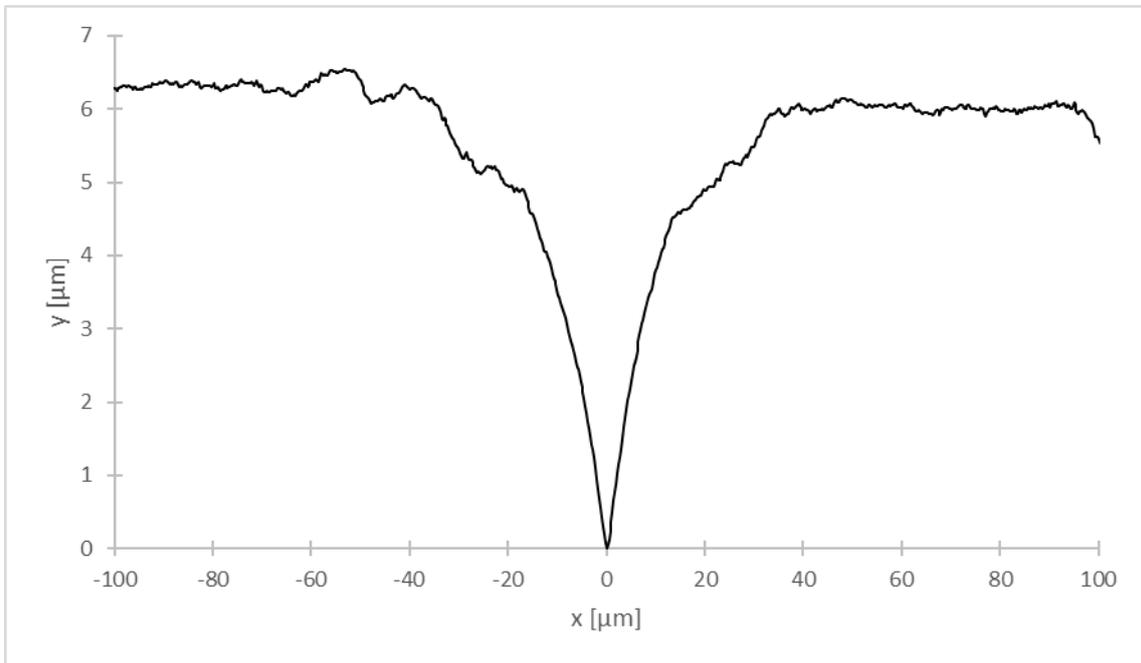


Figura A.92. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$.

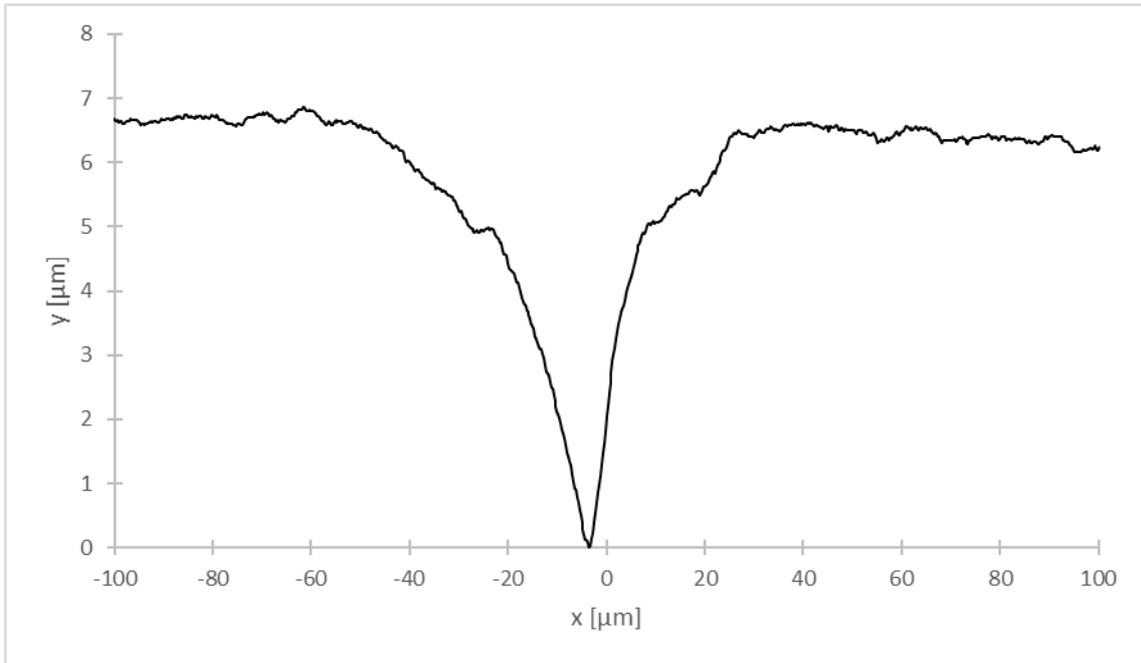


Figura A.93. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$.

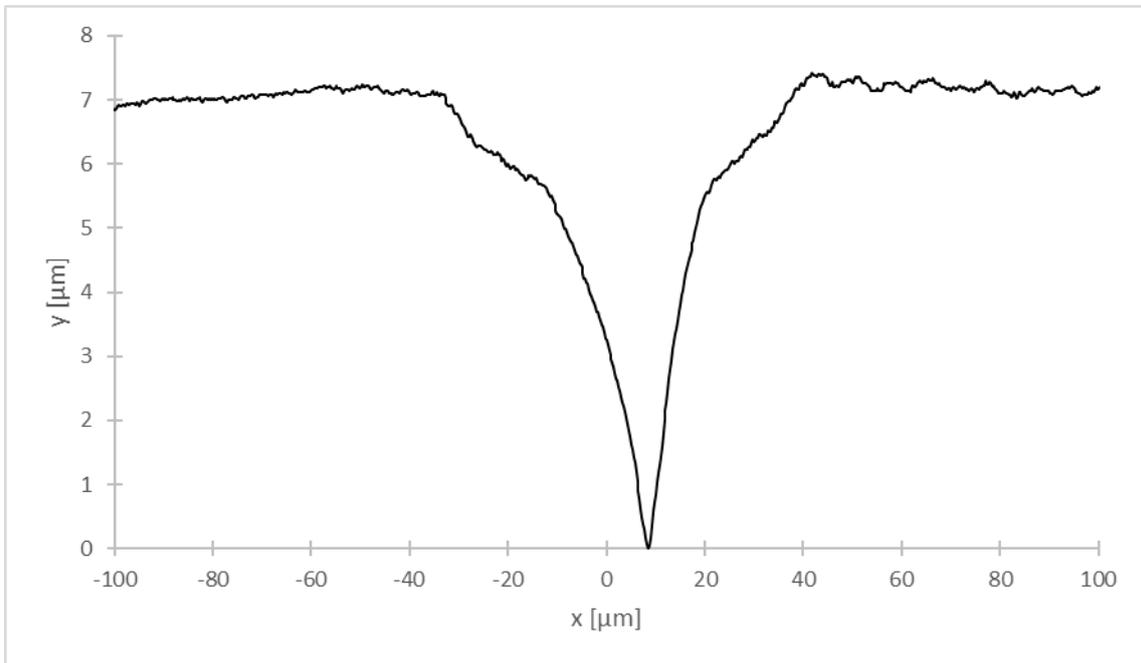


Figura A.94. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 6^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 10 \text{ } \mu\text{m}$.

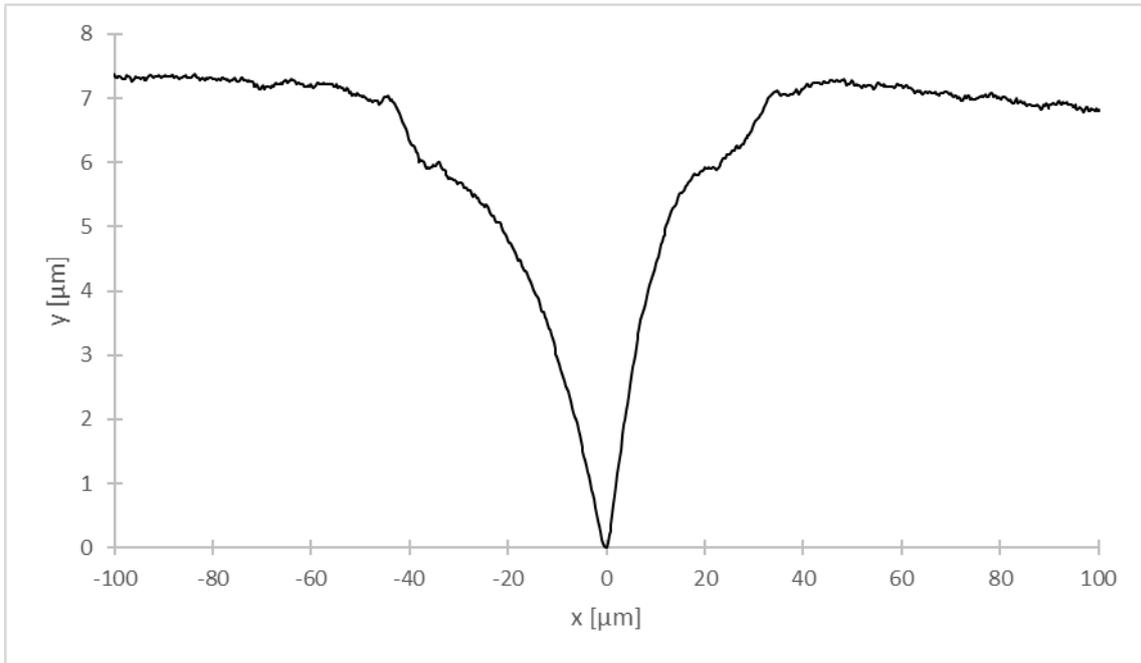


Figura A.95. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$.

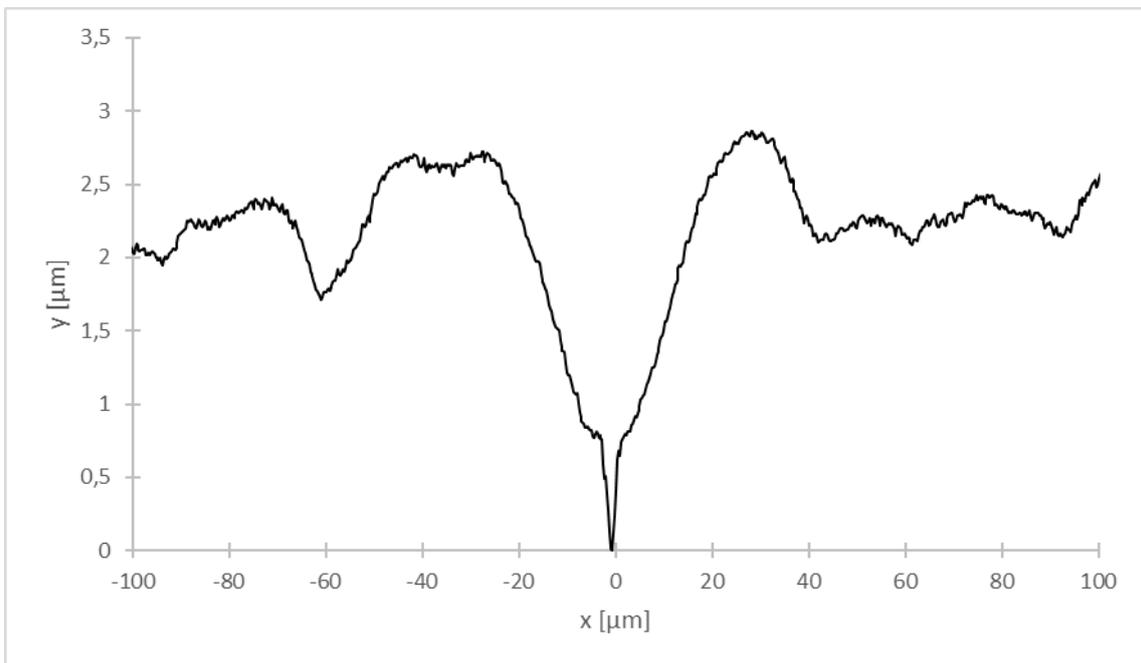


Figura A.96. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$.

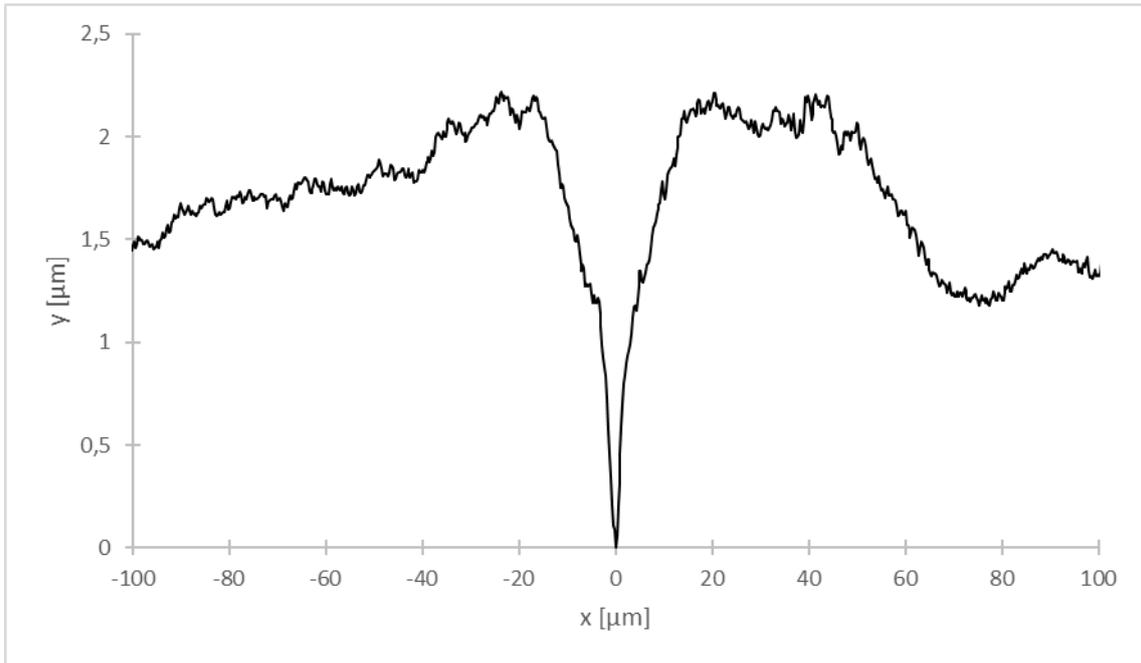


Figura A.97. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

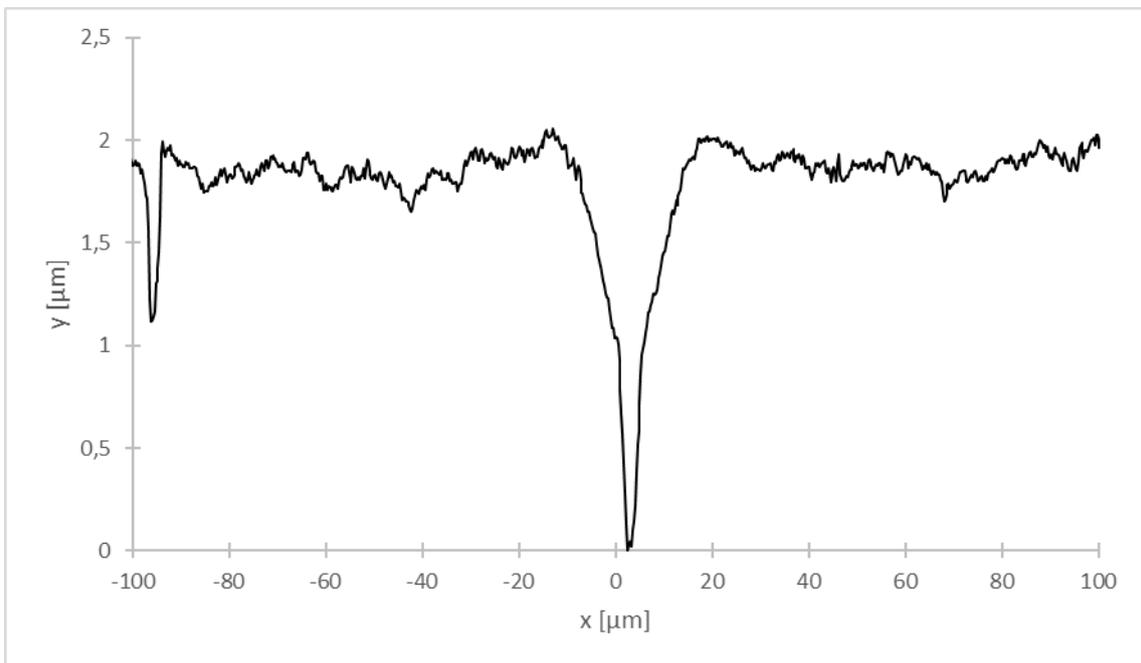


Figura A.98. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

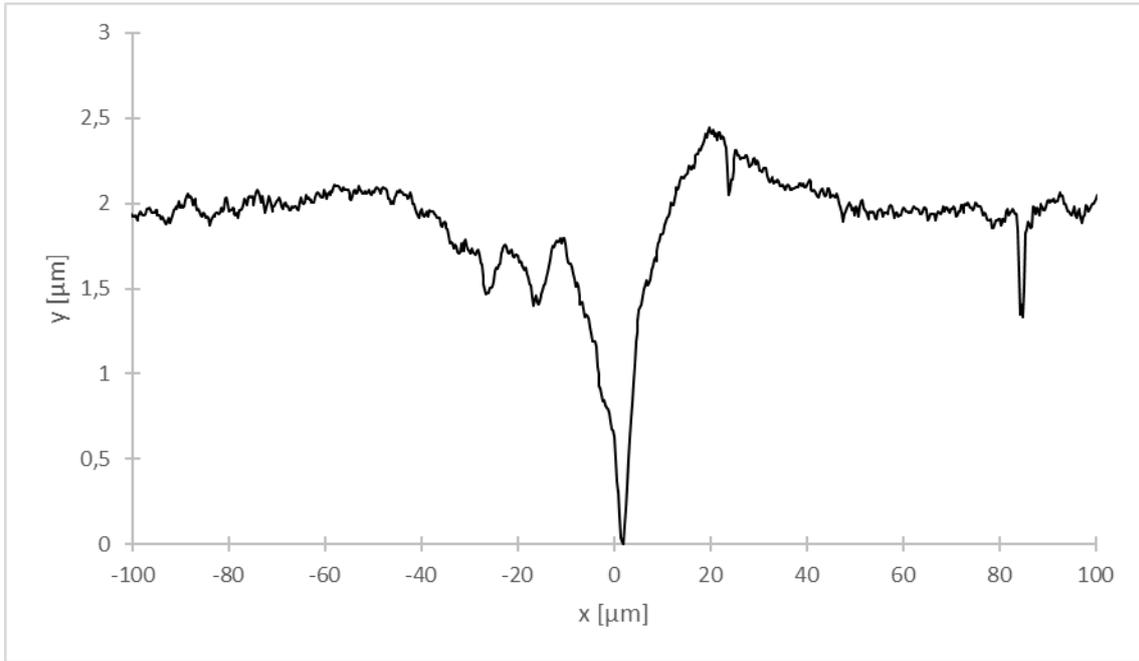


Figura A.99. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

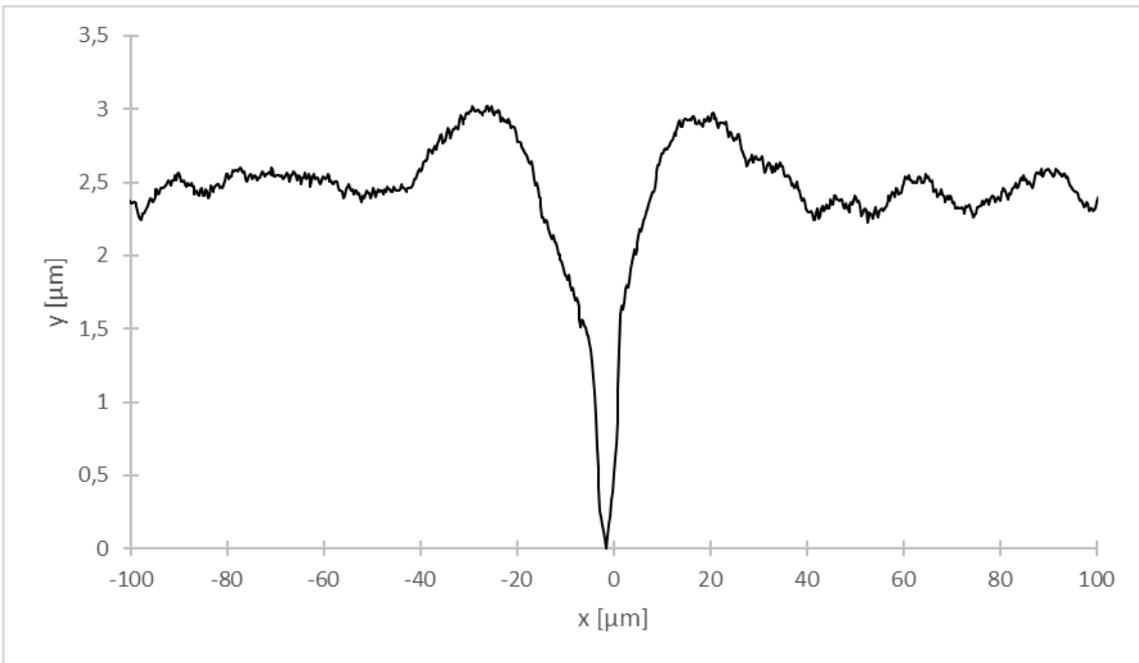


Figura A.100. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -1^\circ \pm 1^\circ$.

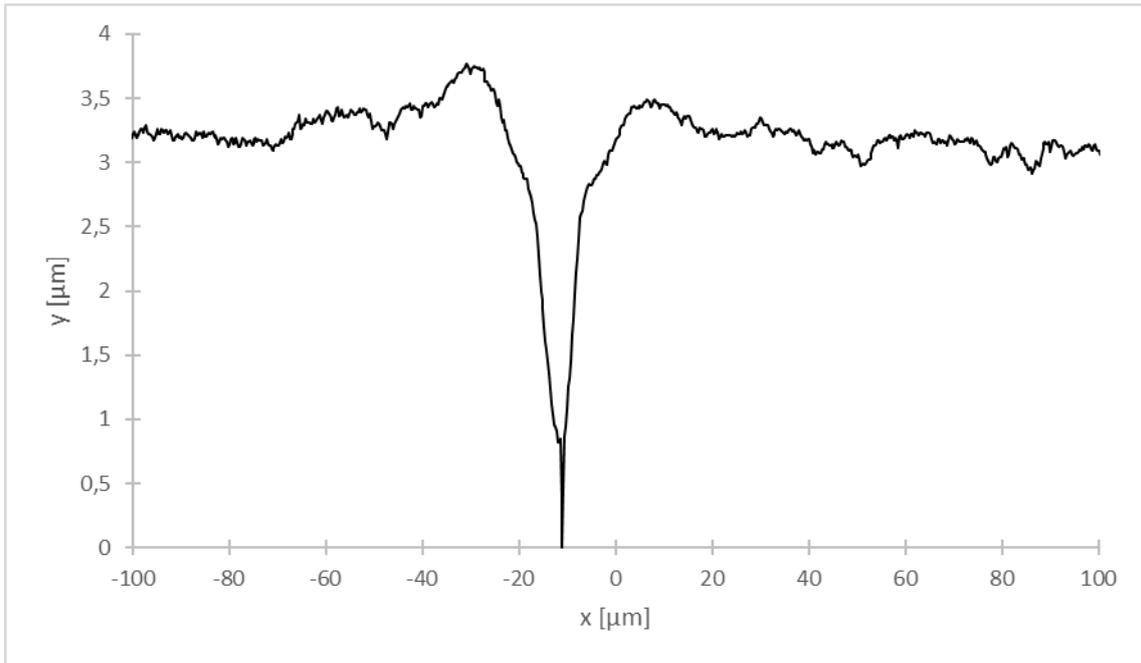


Figura A.101. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -1^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$.

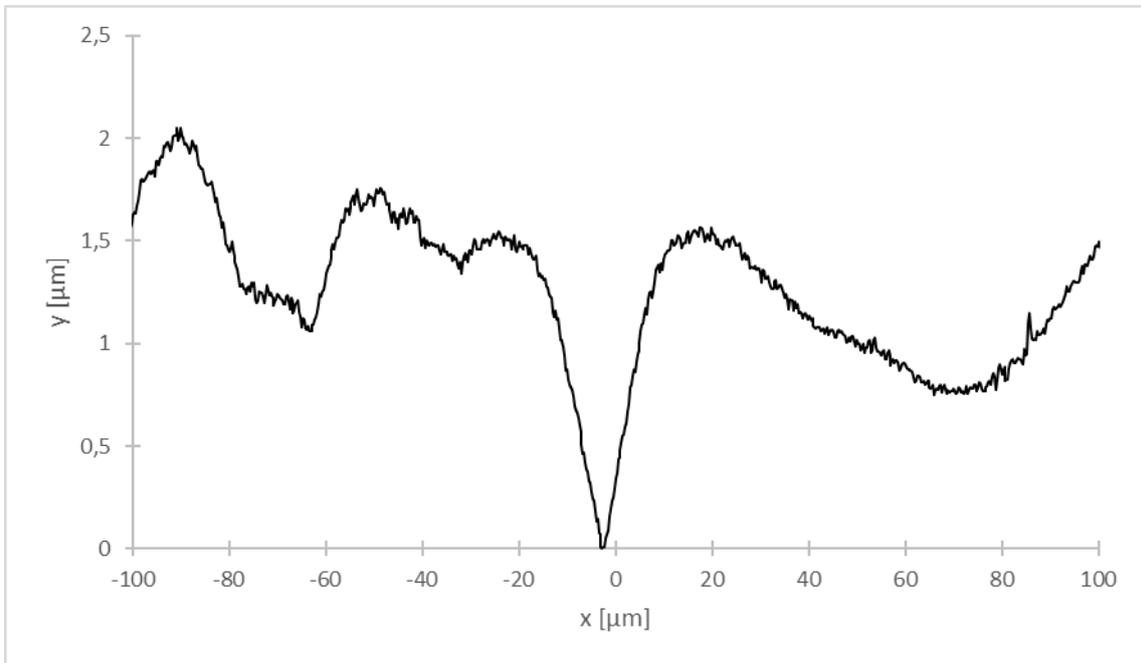


Figura A.102. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -5^\circ \pm 1^\circ$.

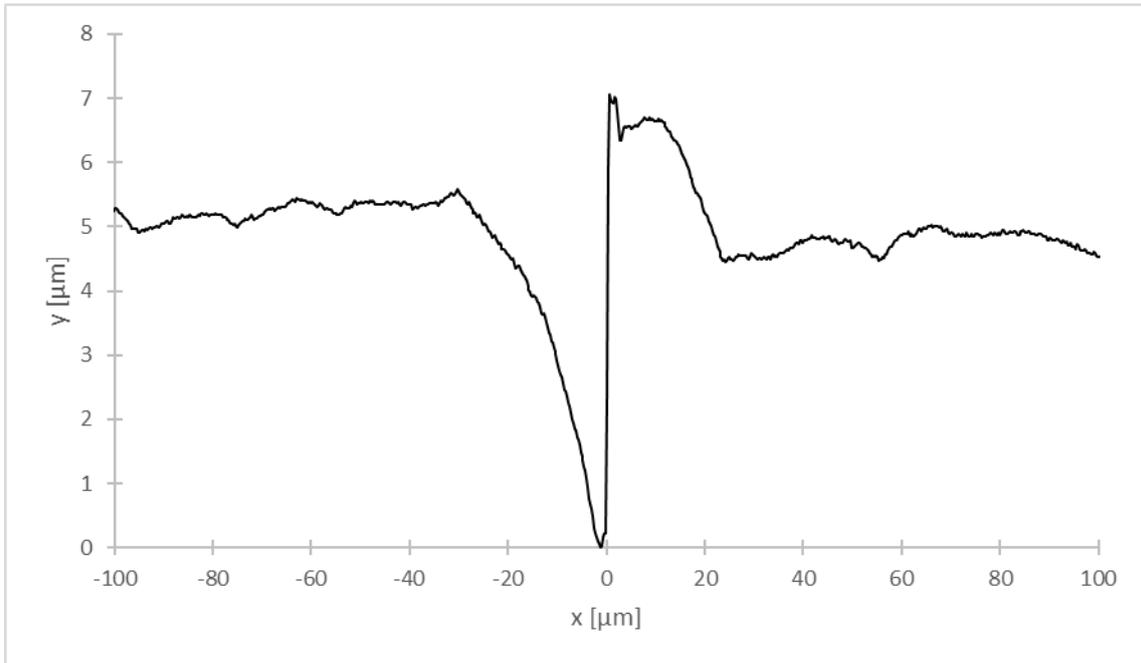


Figura A.103. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = -11^\circ \pm 1^\circ$.

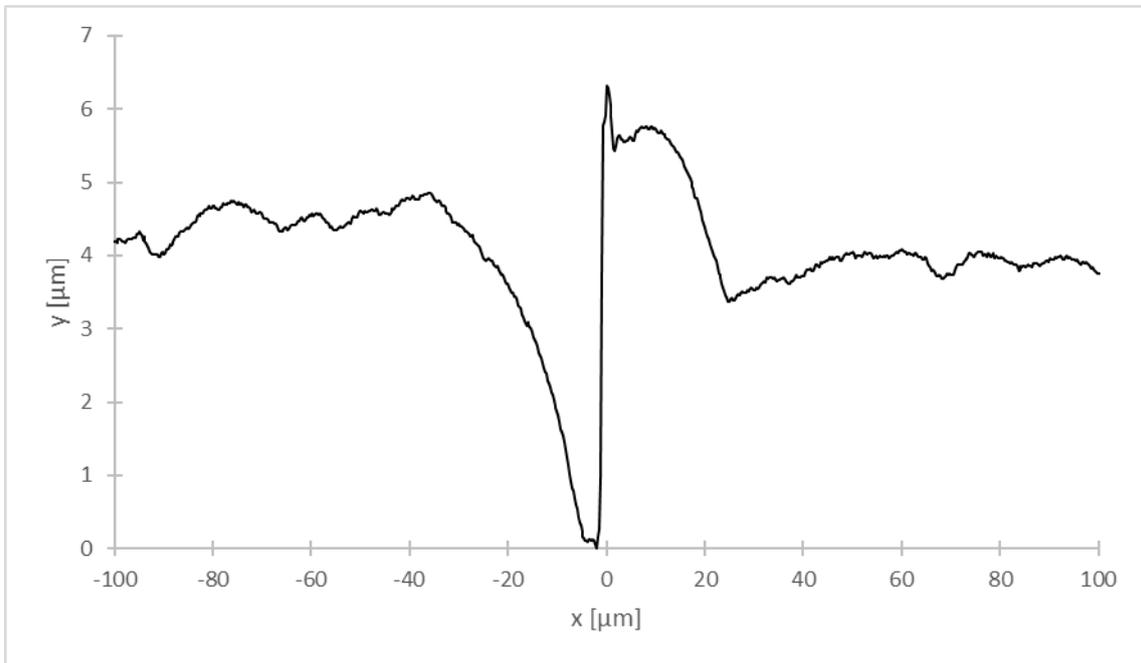


Figura A.104. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = -12^\circ \pm 1^\circ$.

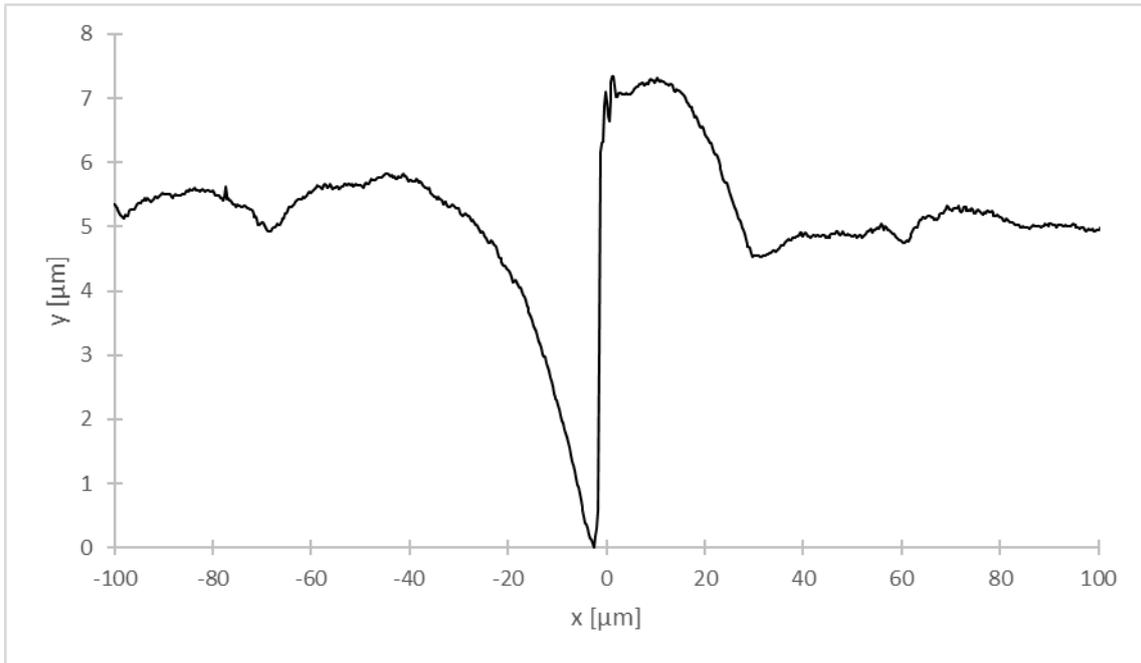


Figura A.105. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = -13^\circ \pm 1^\circ$.

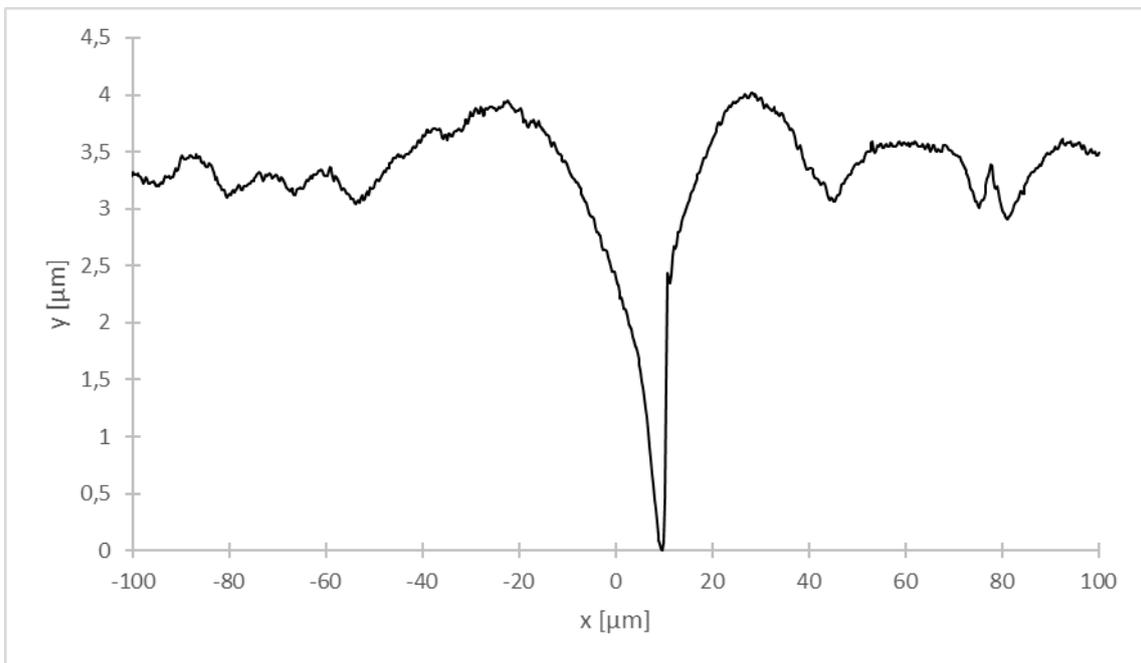


Figura A.106. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = -7^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 10 \mu\text{m}$.

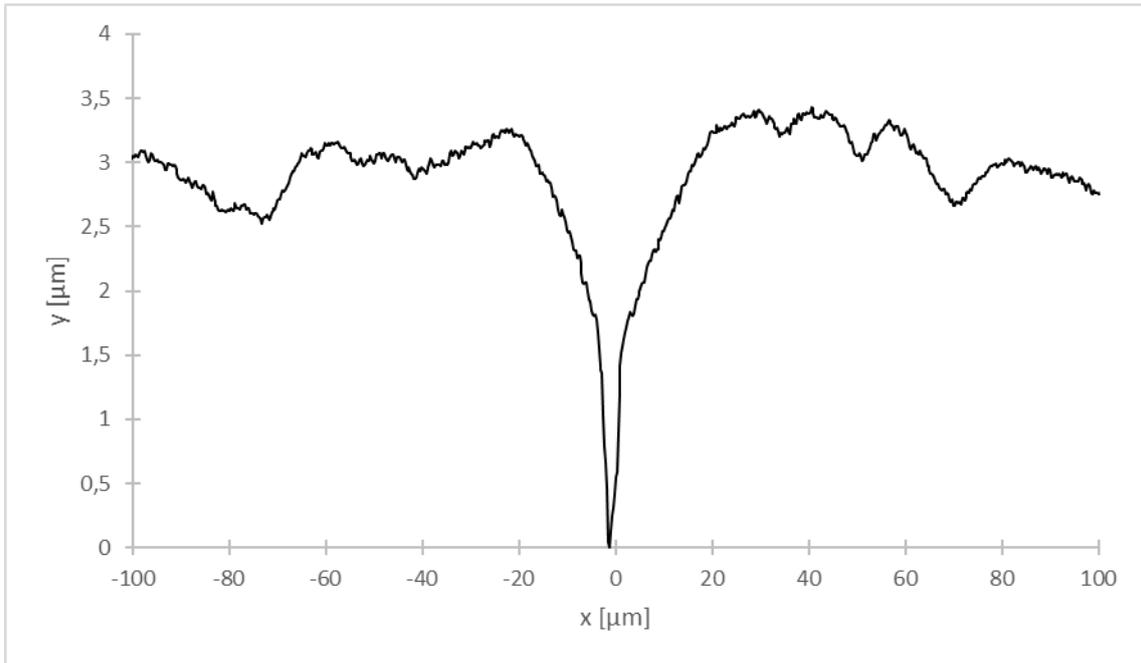


Figura A.107. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 3^\circ \pm 1^\circ$.

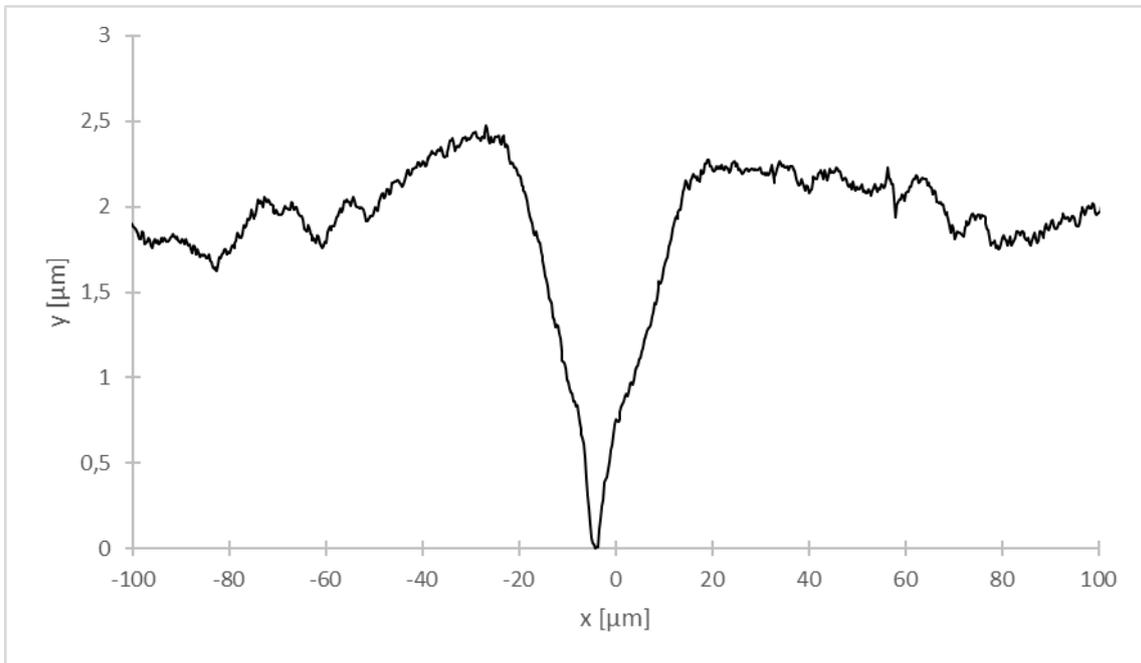


Figura A.108. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 4^\circ \pm 1^\circ$.

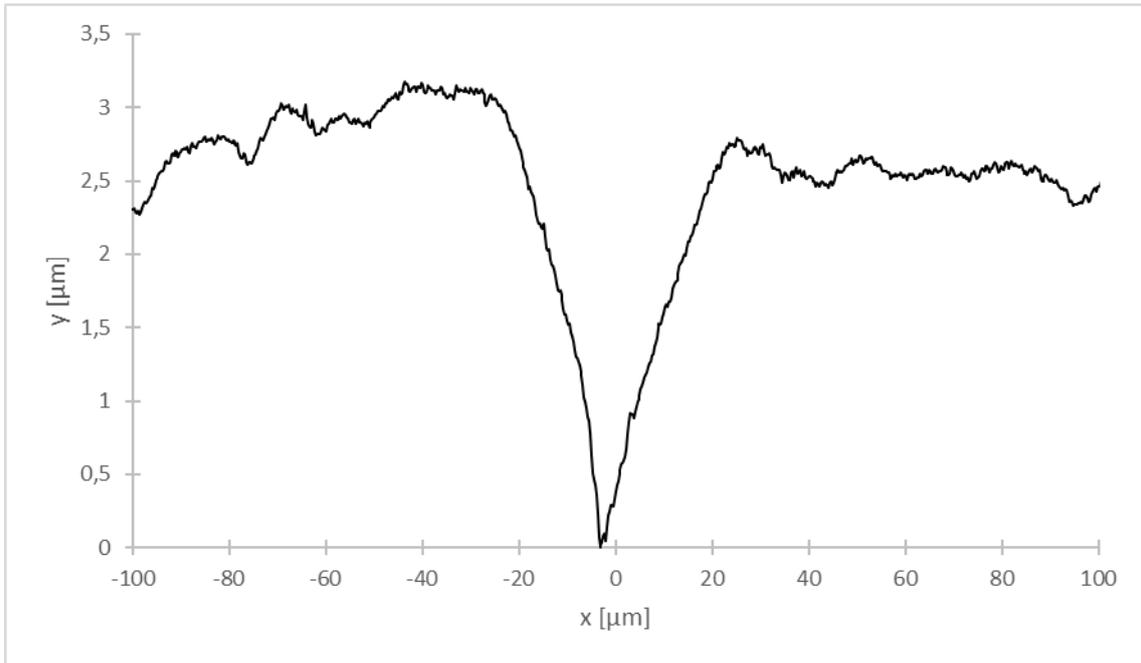


Figura A.109. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 5^\circ \pm 1^\circ$.

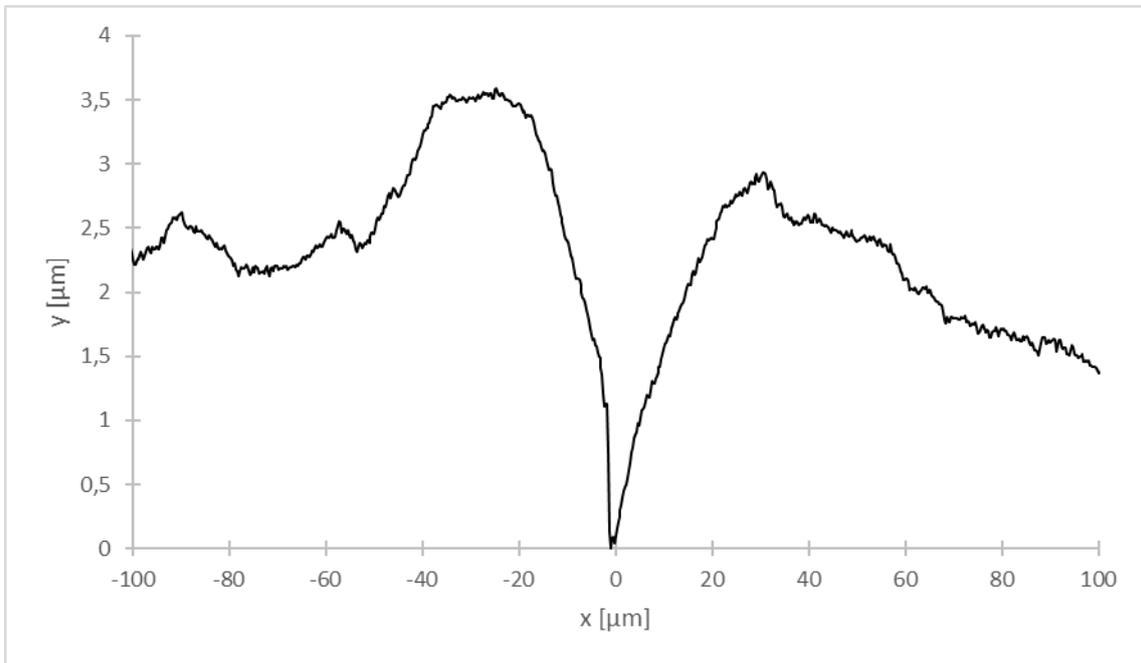


Figura A.110. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 8^\circ \pm 1^\circ$.

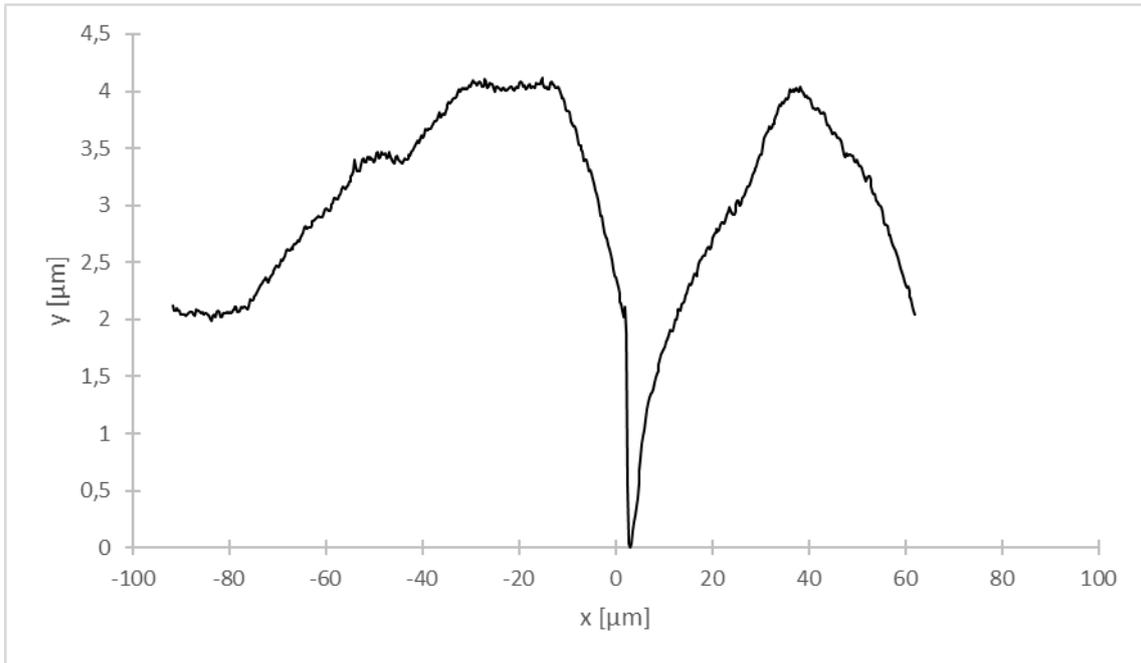


Figura A.111. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (28^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -30^\circ \pm 1^\circ$.

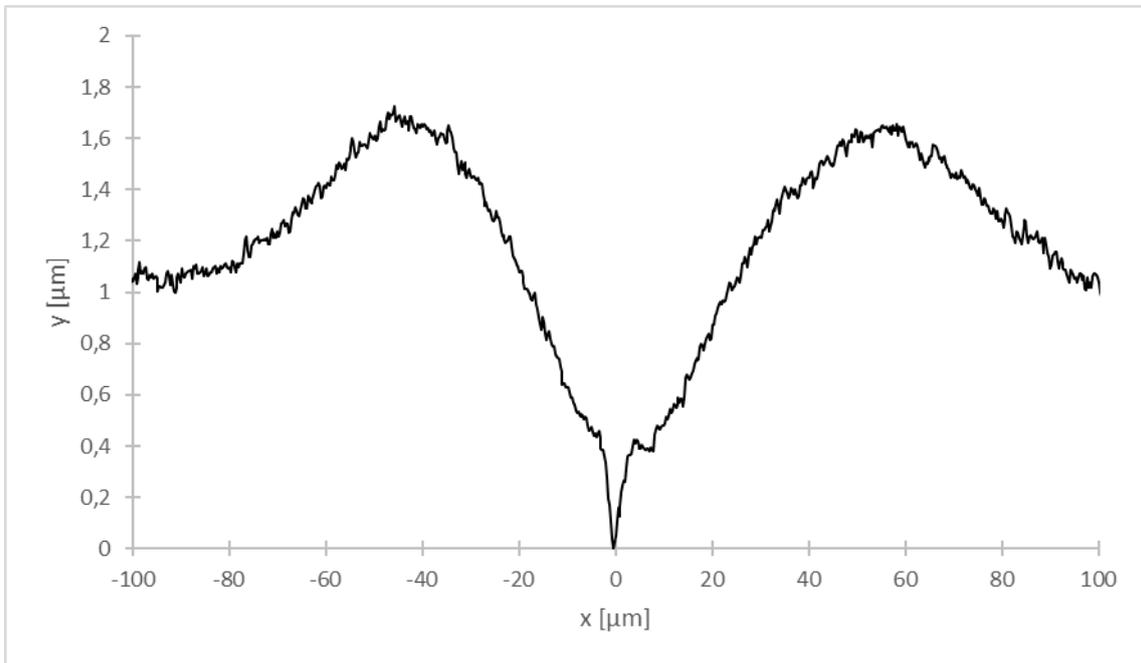


Figura A.112. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -2^\circ \pm 1^\circ$.

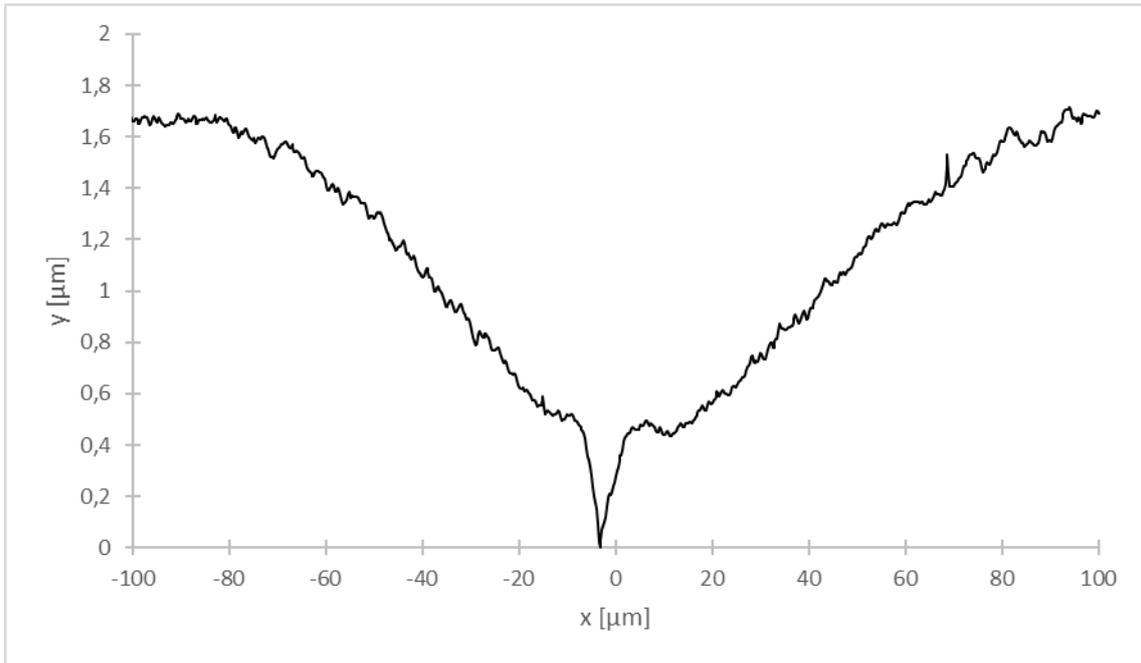


Figura A.113. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -2^\circ \pm 1^\circ$.

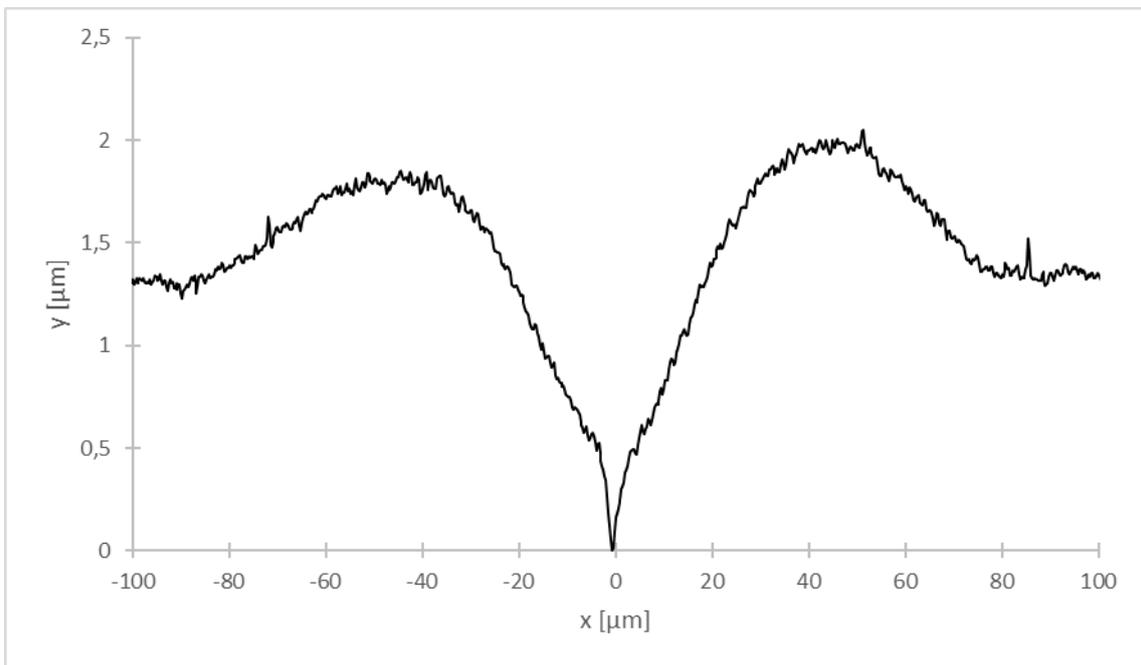


Figura A.114. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$.

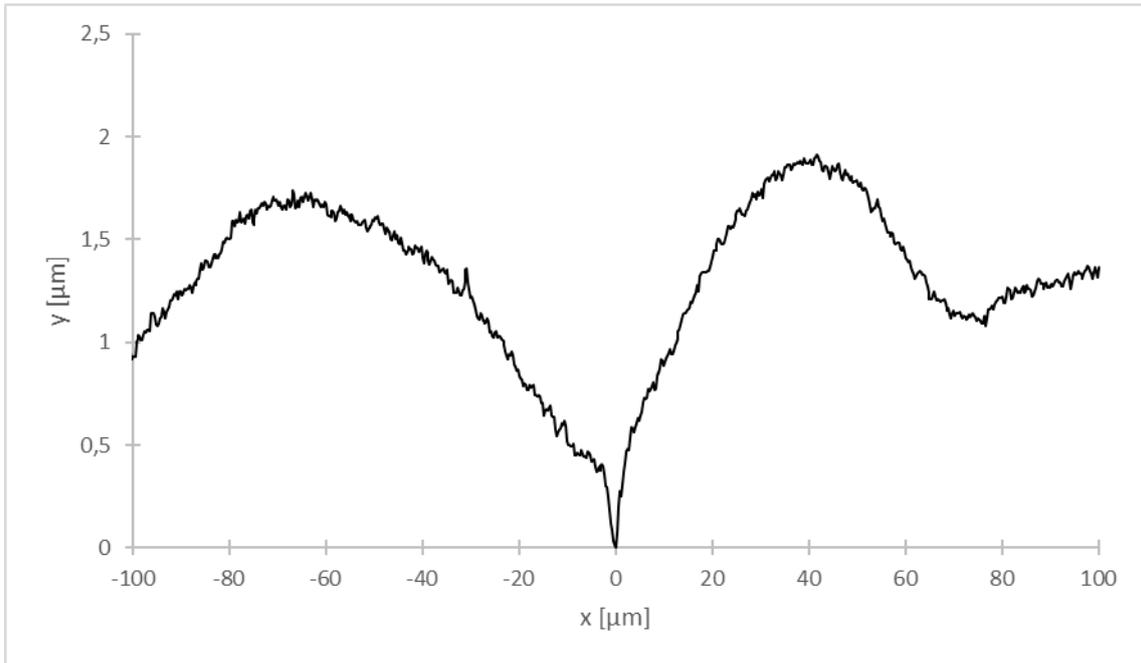


Figura A.115. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 6^\circ \pm 1^\circ$.

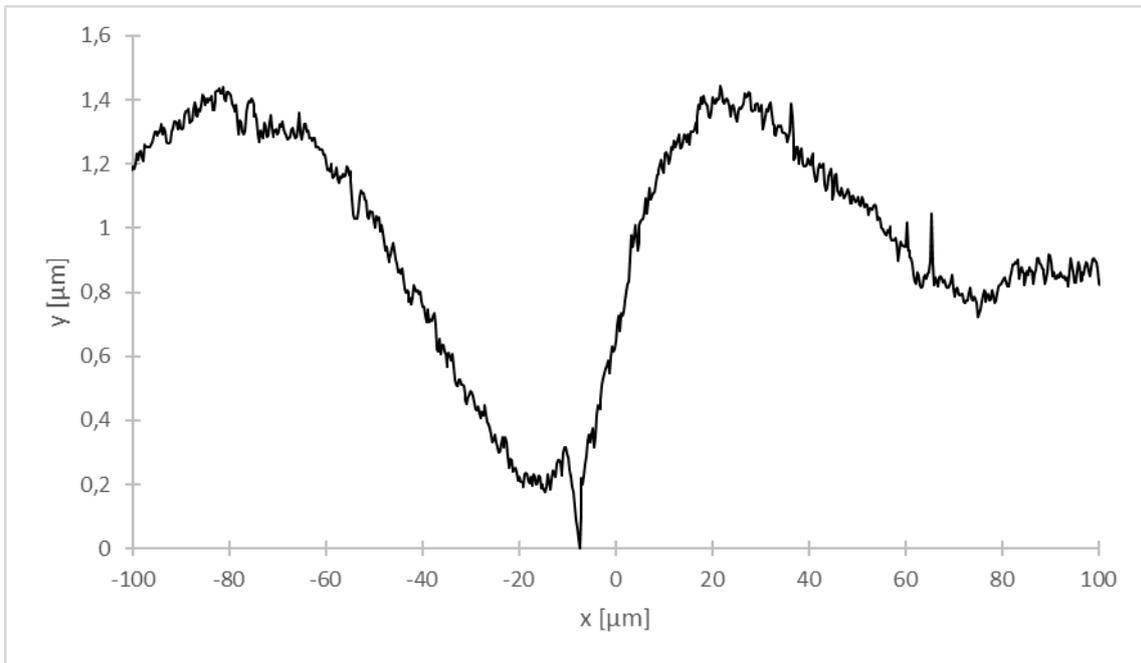


Figura A.116. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 10^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$.

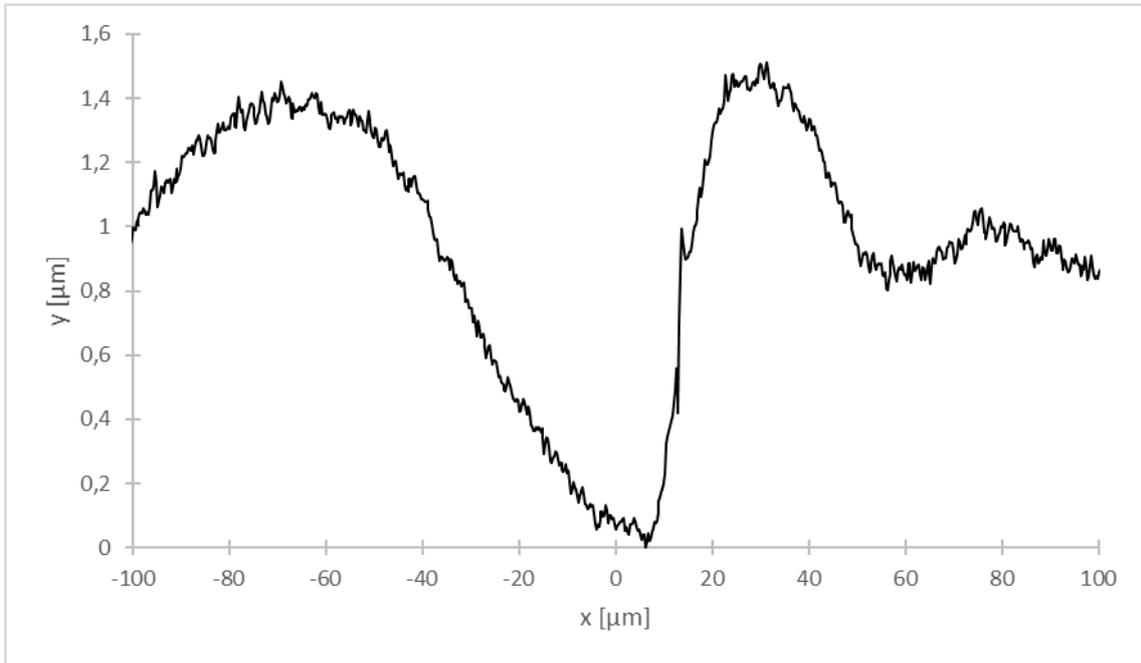


Figura A.117. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 19^\circ \pm 1^\circ$.

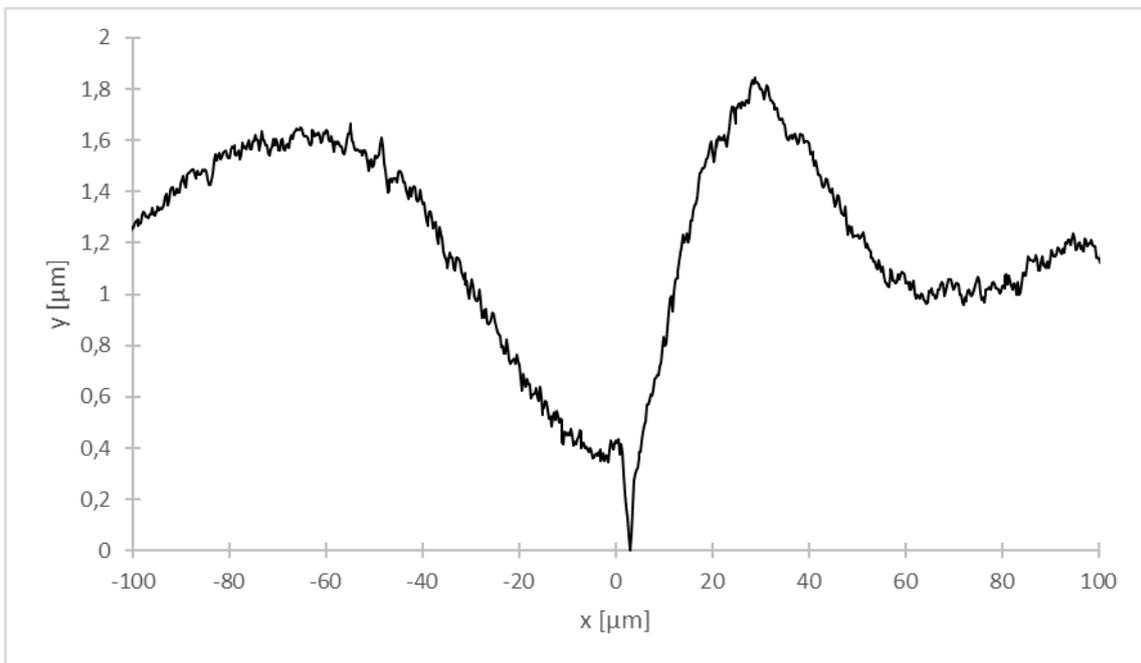


Figura A.118. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 5^\circ \pm 1^\circ$.

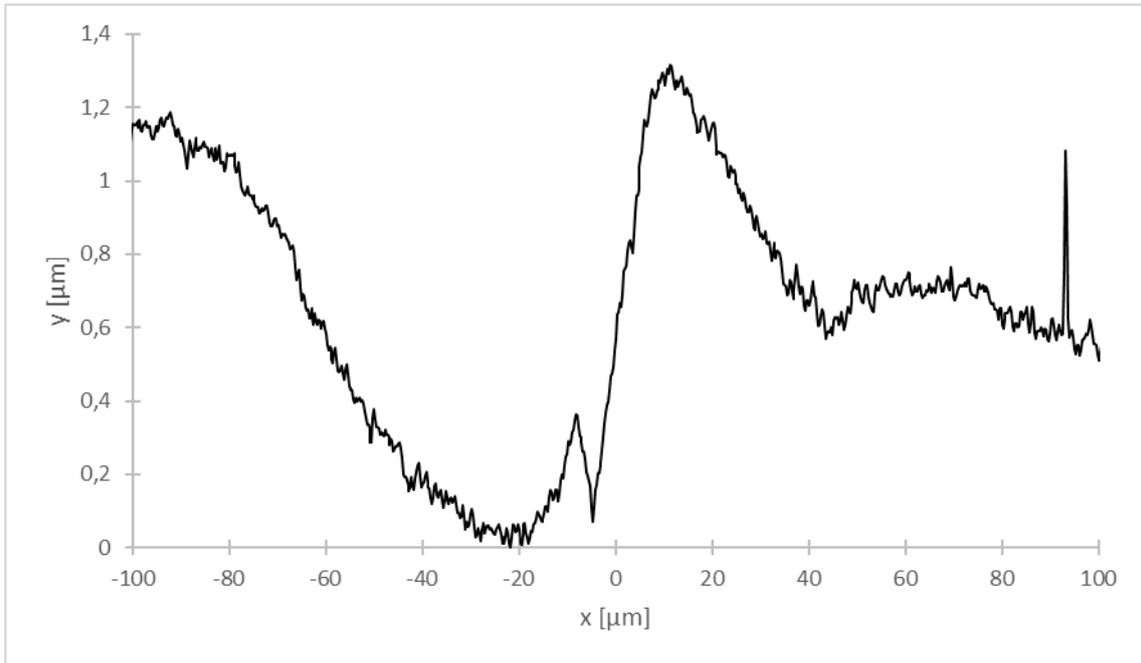


Figura A.119. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 35^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

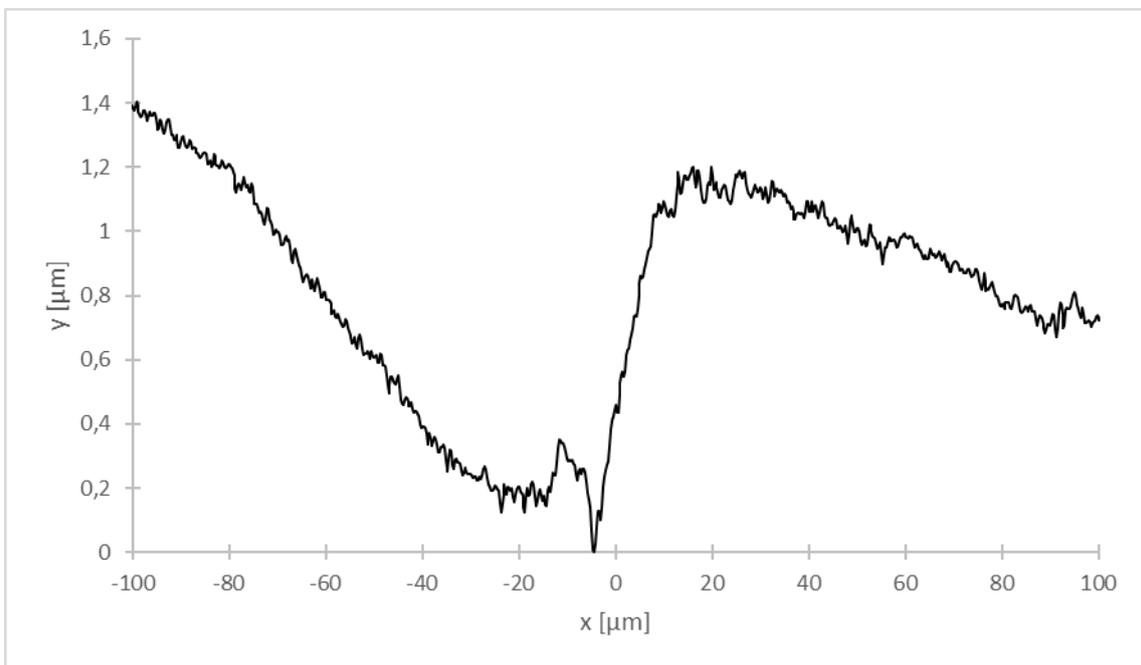


Figura A.120. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 51^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

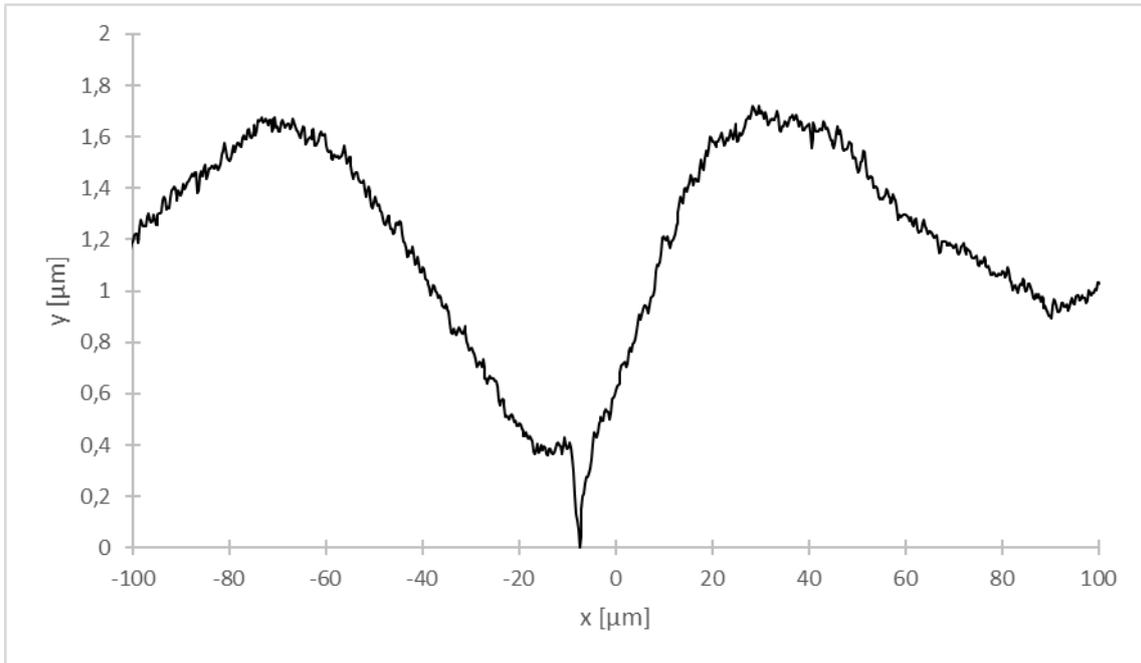


Figura A.121. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 3^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$.

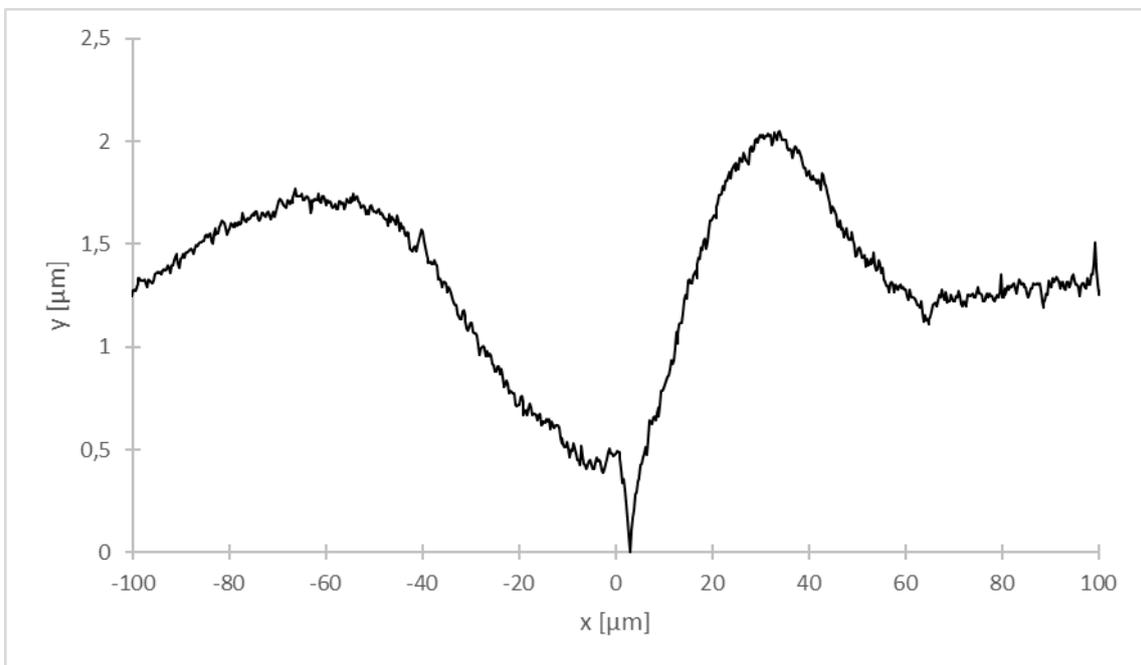


Figura A.122. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 2 \text{ } \mu\text{m}$.

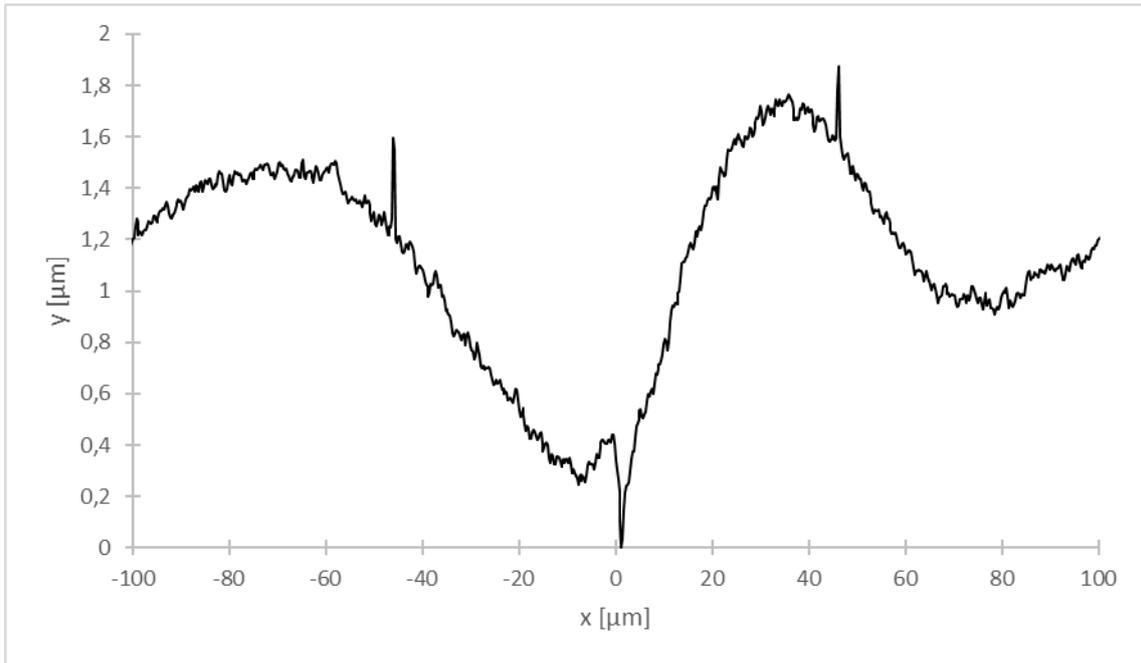


Figura A.123. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 0^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

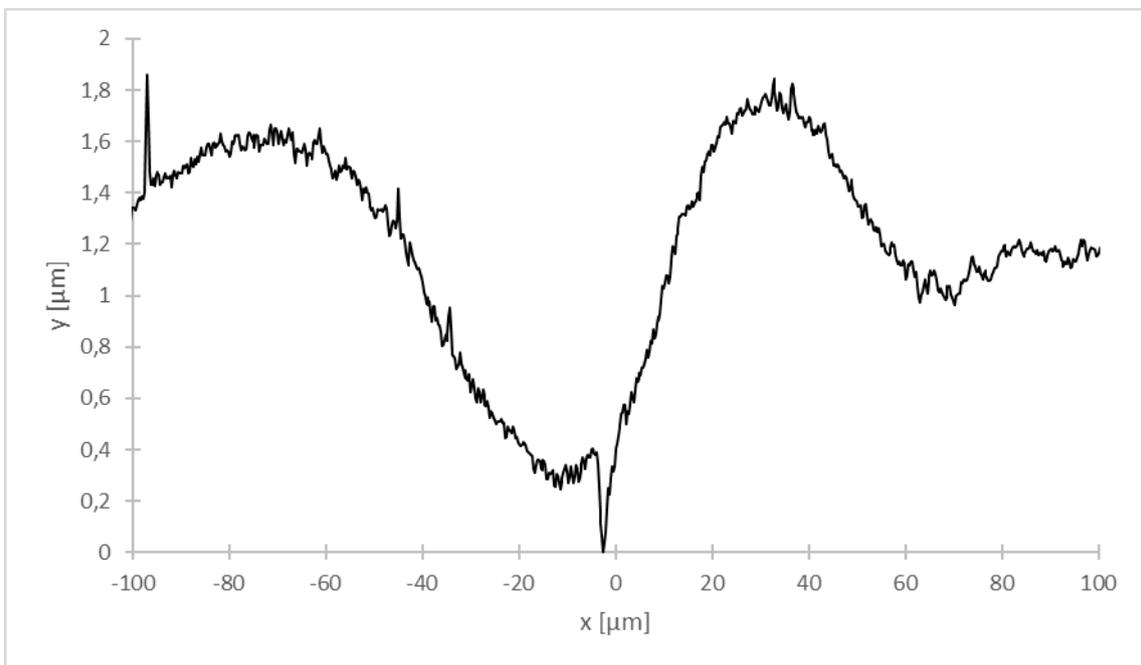


Figura A.124. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 2^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

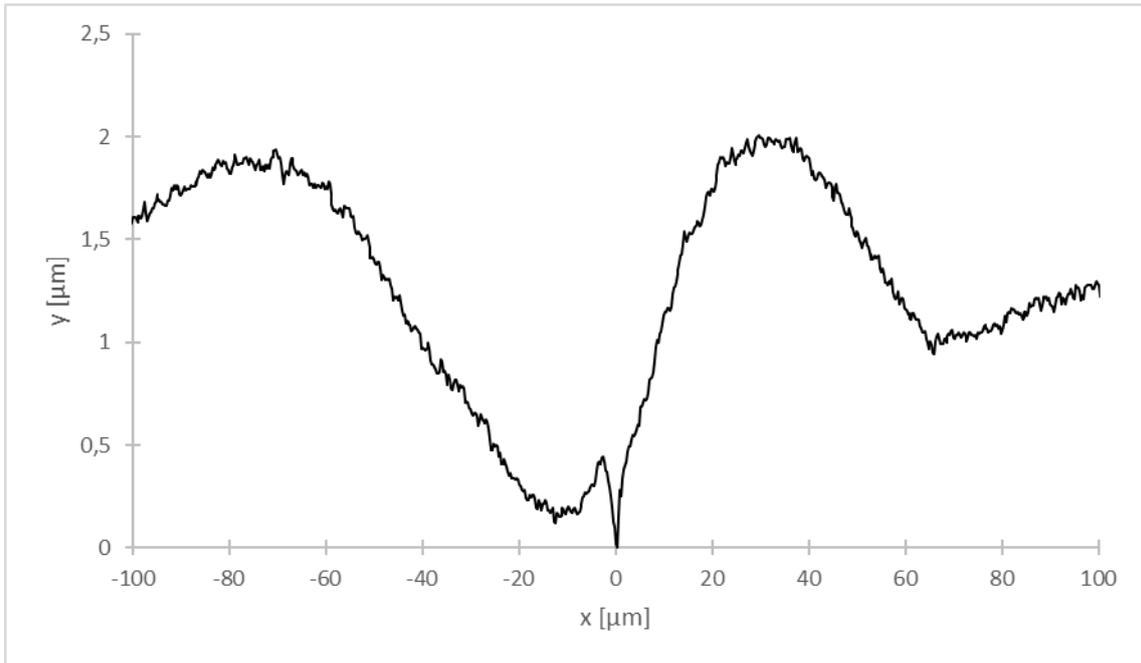


Figura A.125. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 6^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -15 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

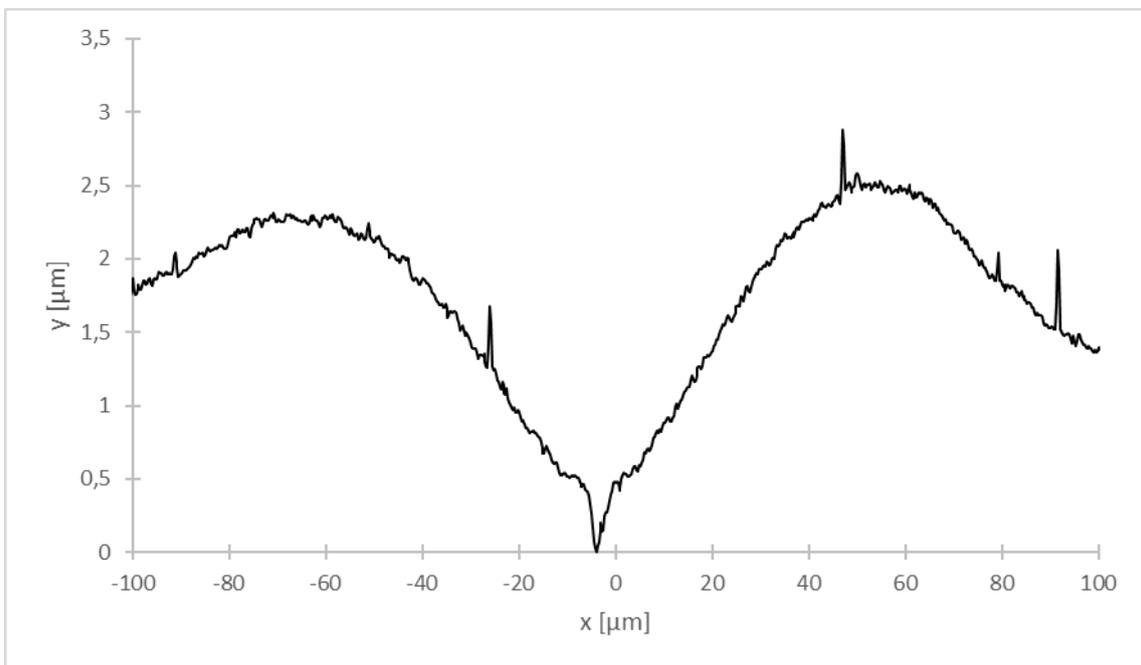


Figura A.126. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 0^\circ \pm 1^\circ$.

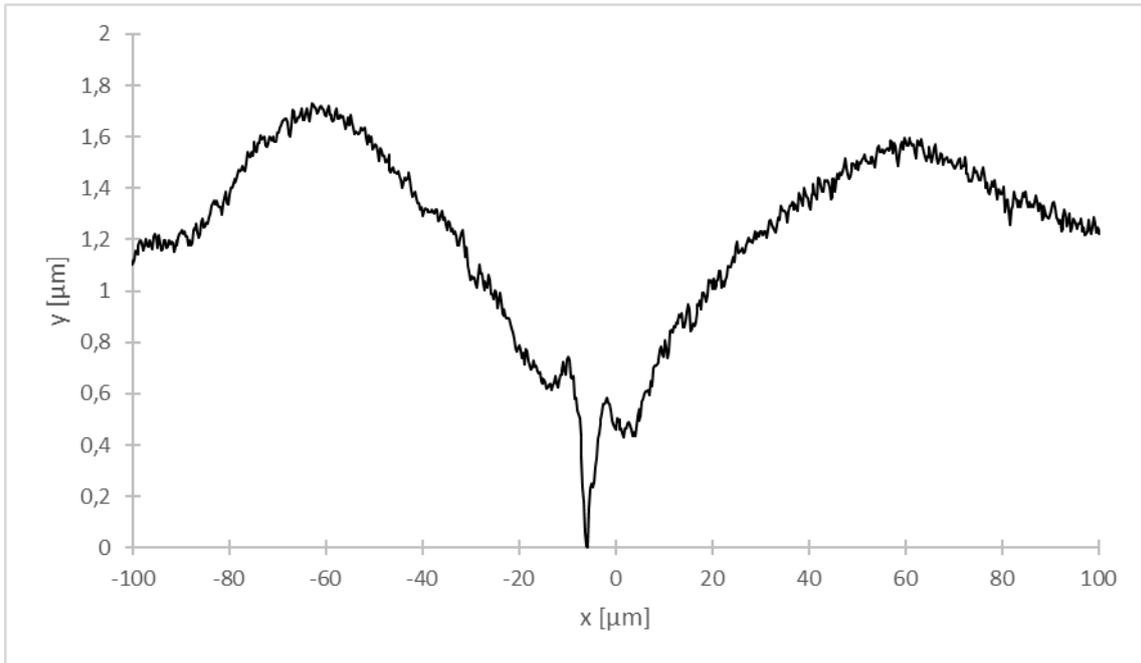


Figura A.127. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -2^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -7 \mu\text{m}$.

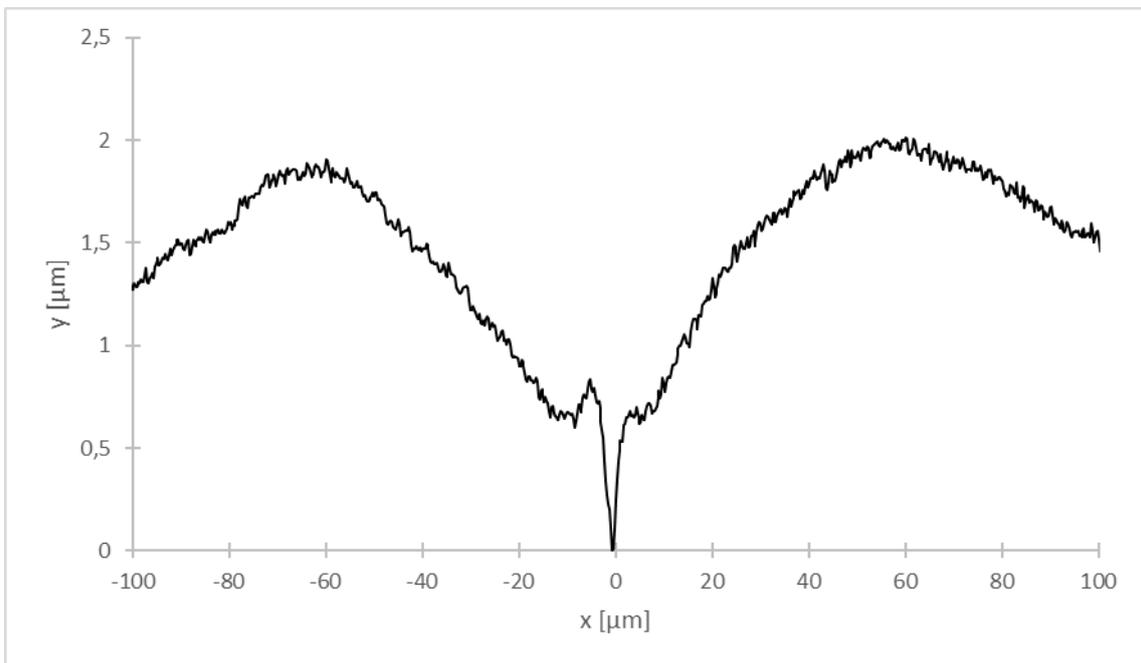


Figura A.128. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 5^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \mu\text{m}$.

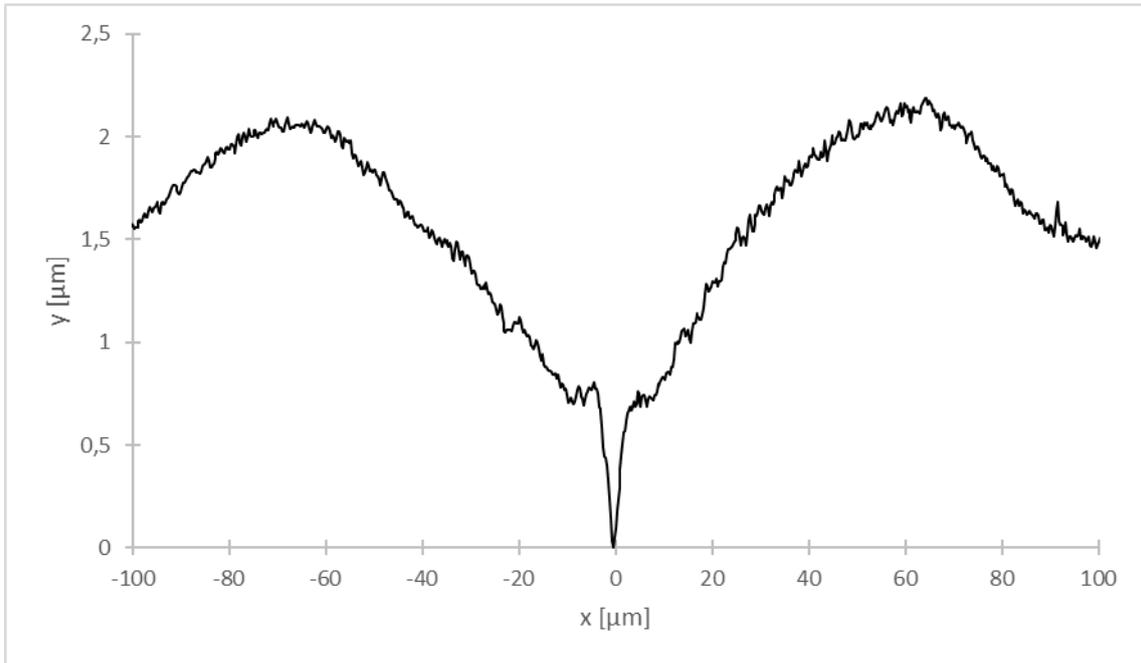


Figura A.129. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 0^\circ \pm 1^\circ$.

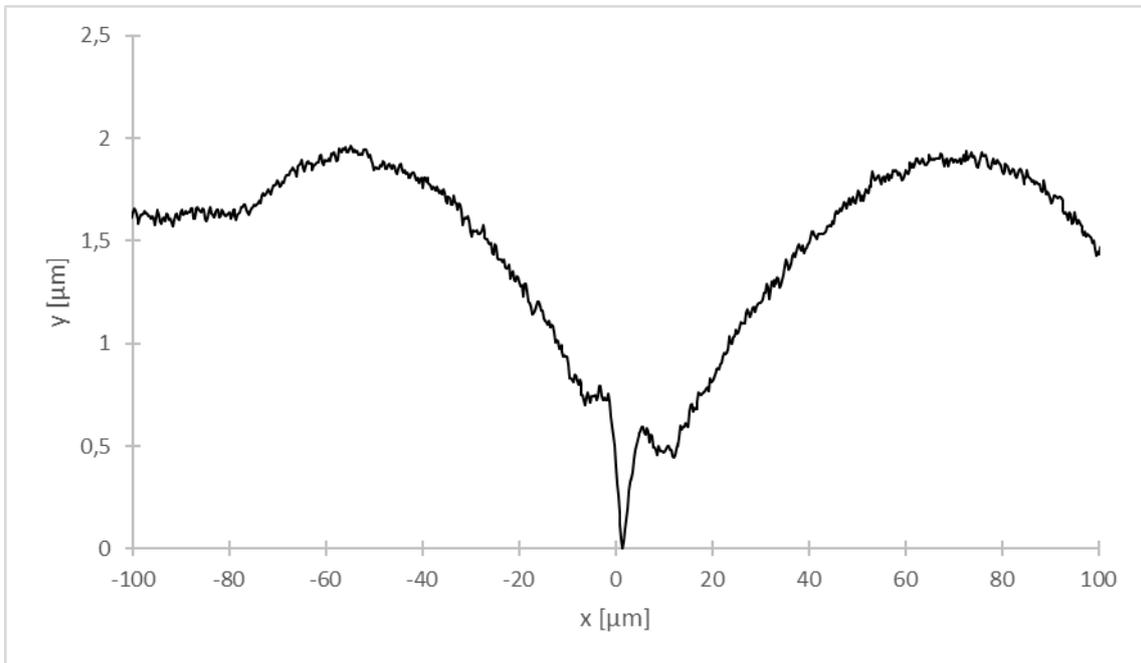


Figura A.130. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \mu\text{m}$.

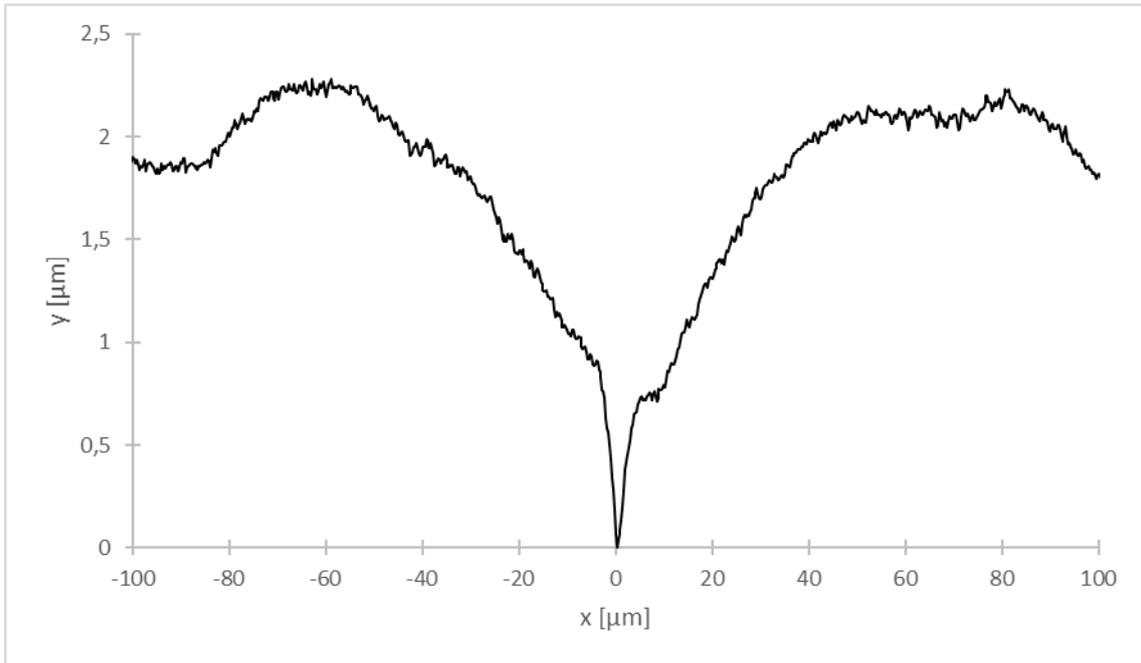


Figura A.131. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

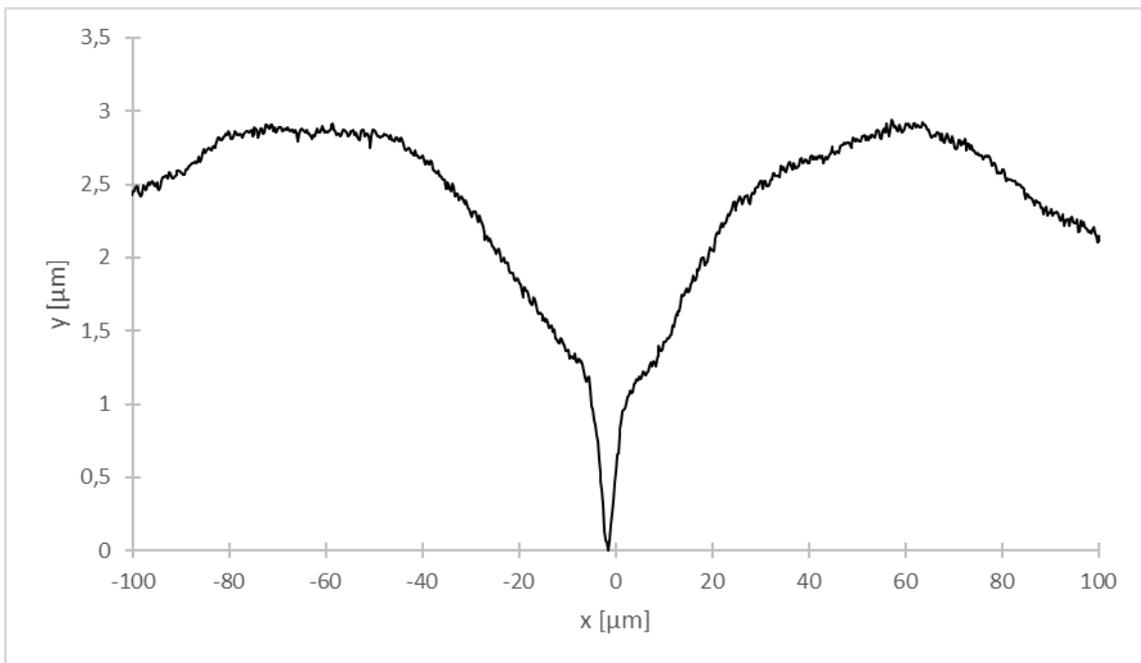


Figura A.132. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

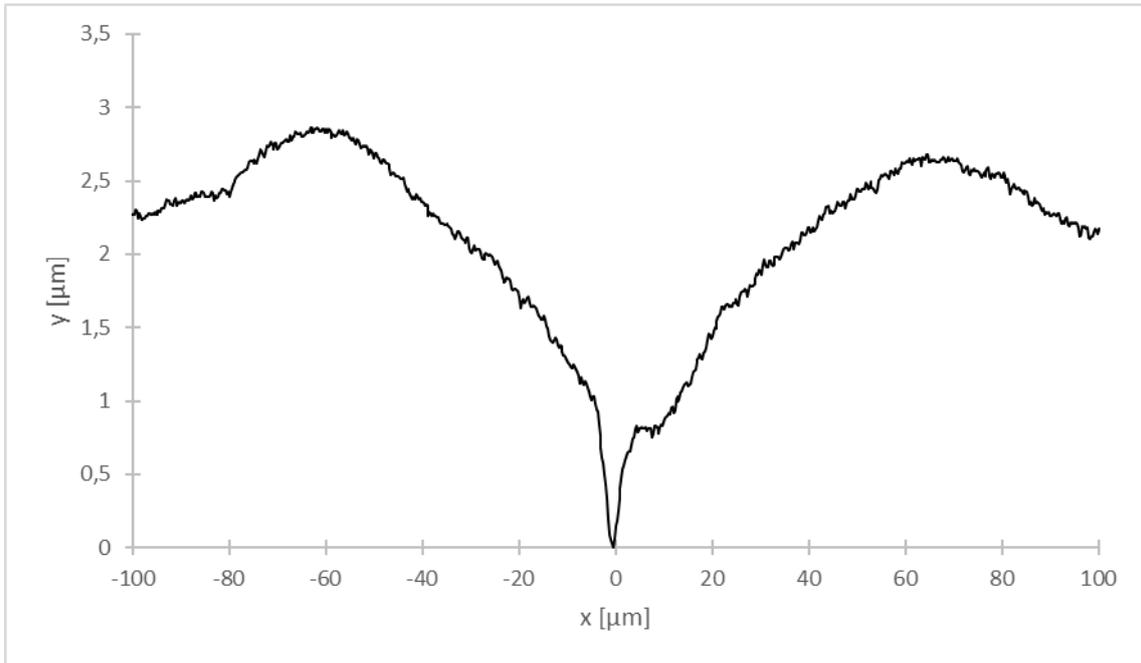


Figura A.133. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (39^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 6^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

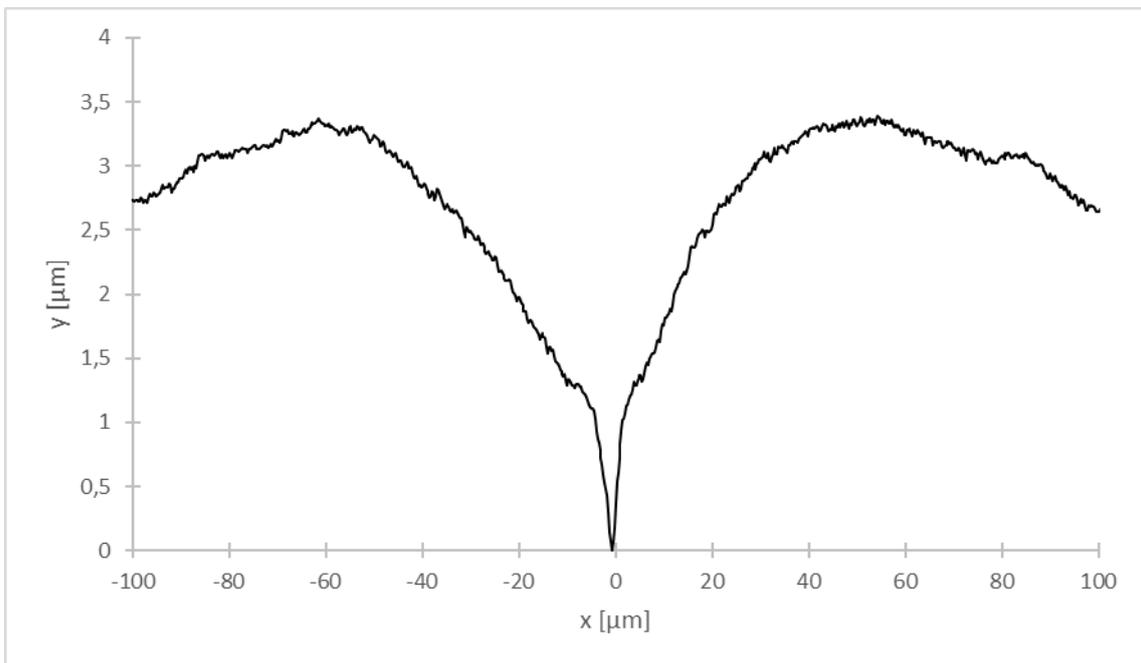


Figura A.134. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 5^\circ \pm 1^\circ$.

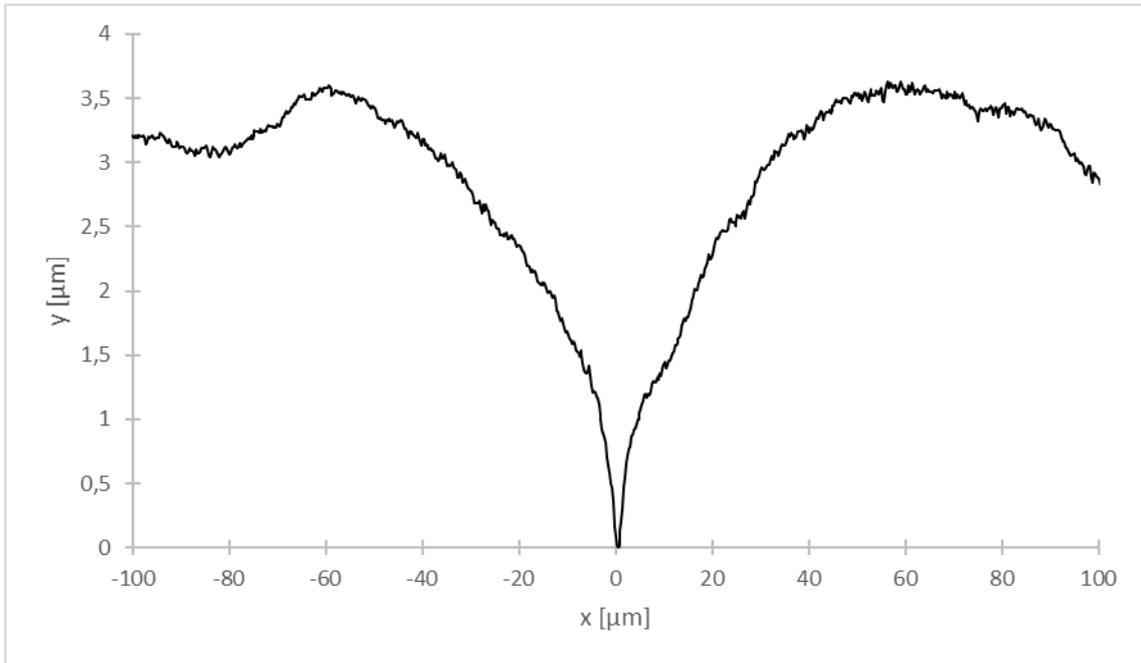


Figura A.135. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

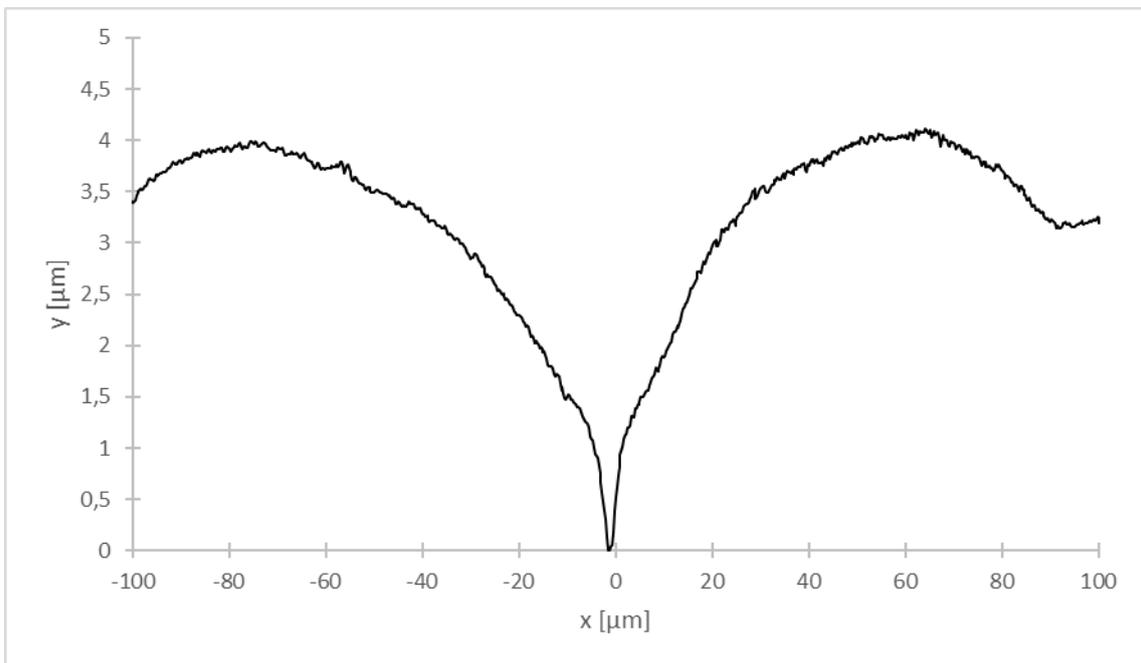


Figura A.136. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 5^\circ \pm 1^\circ$.

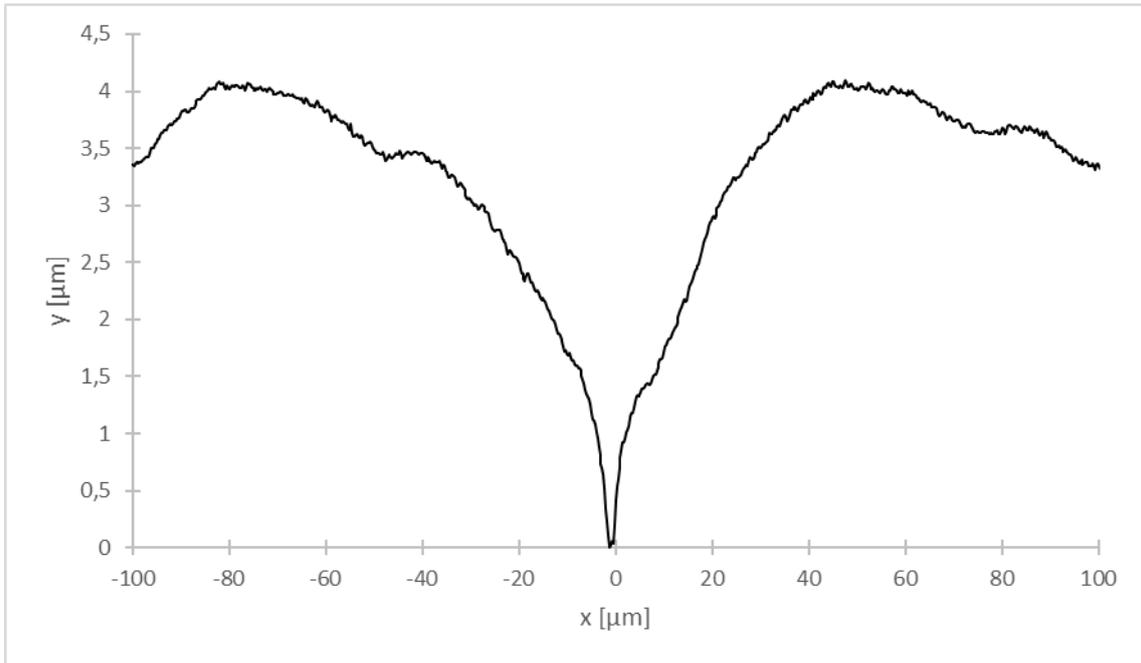


Figura A.137. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

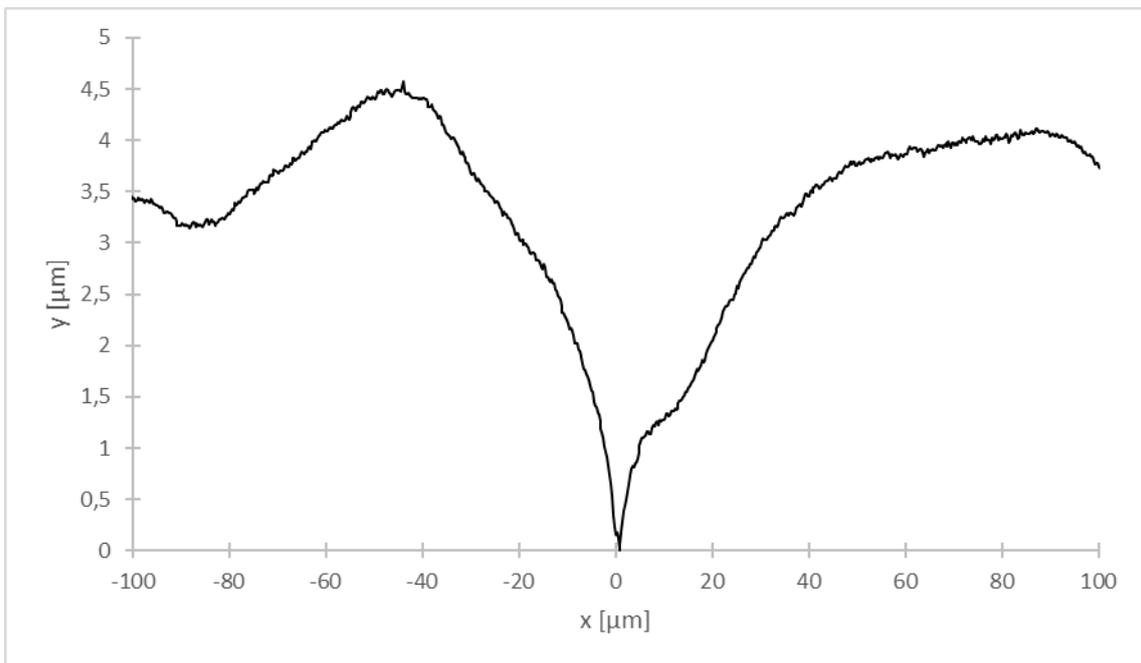


Figura A.138. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

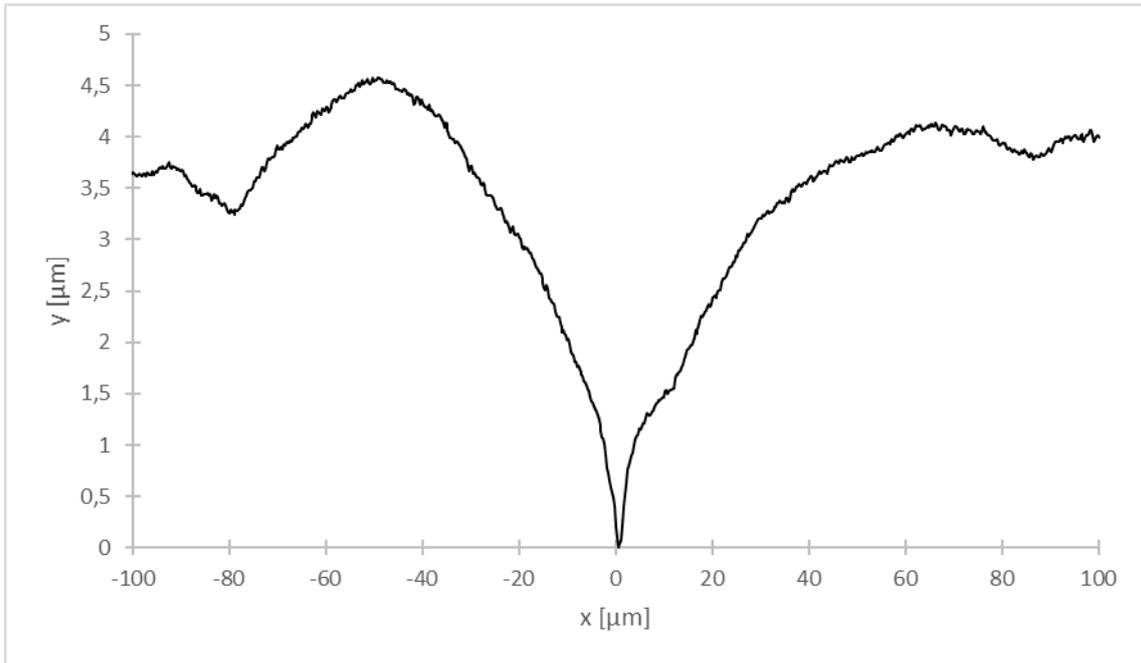


Figura A.139. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

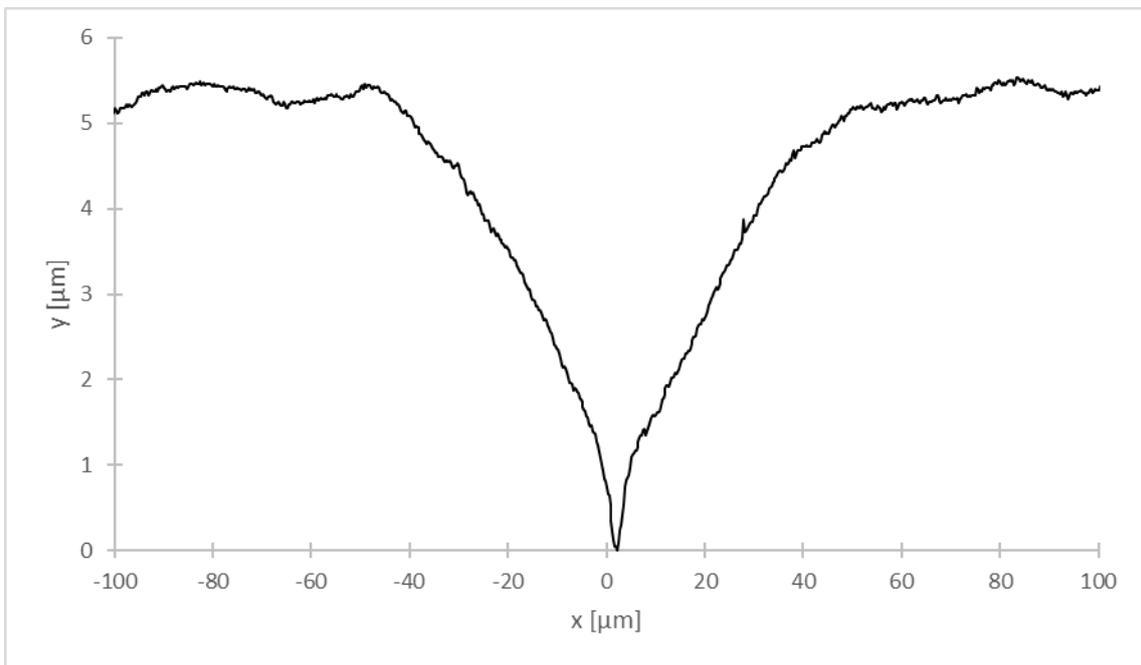


Figura A.140. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (52^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$.

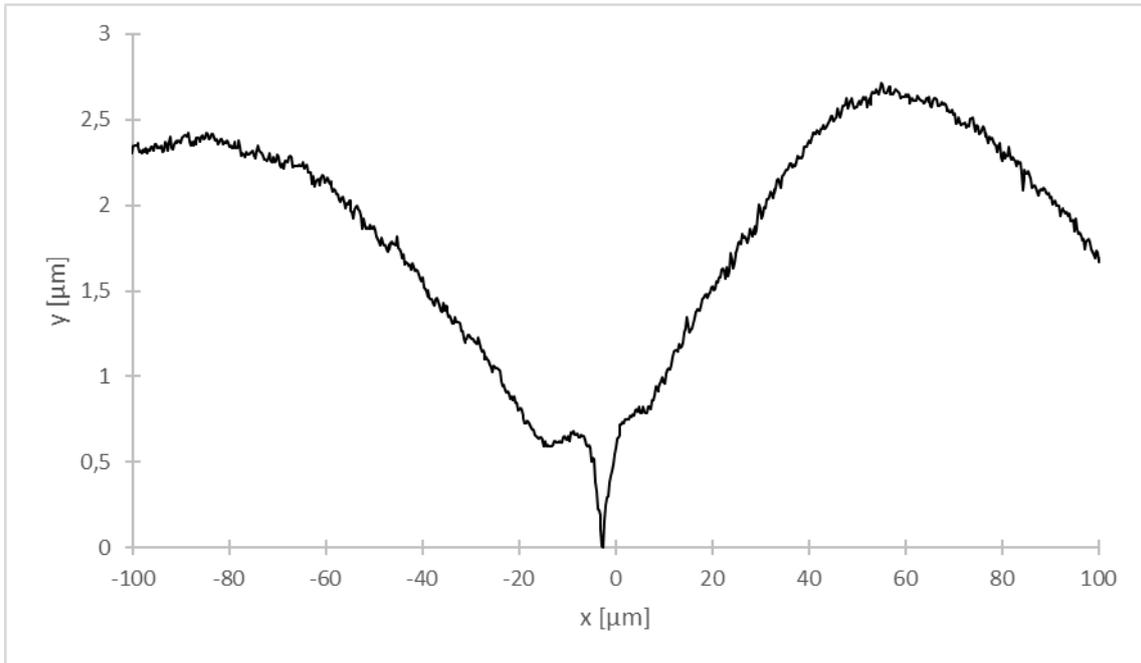


Figura A.141. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$. El v3rtice del BG se encuentra cercano a $x = -2 \mu\text{m}$.

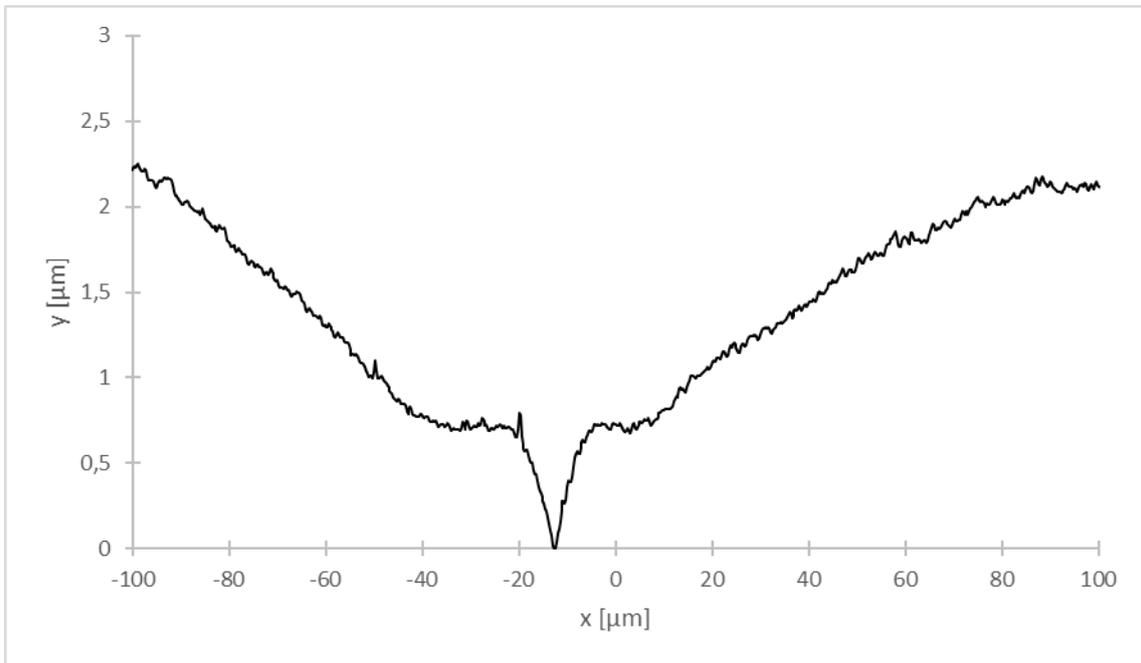


Figura A.142. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$. El v3rtice del BG se encuentra cercano a $x = -15 \mu\text{m}$.

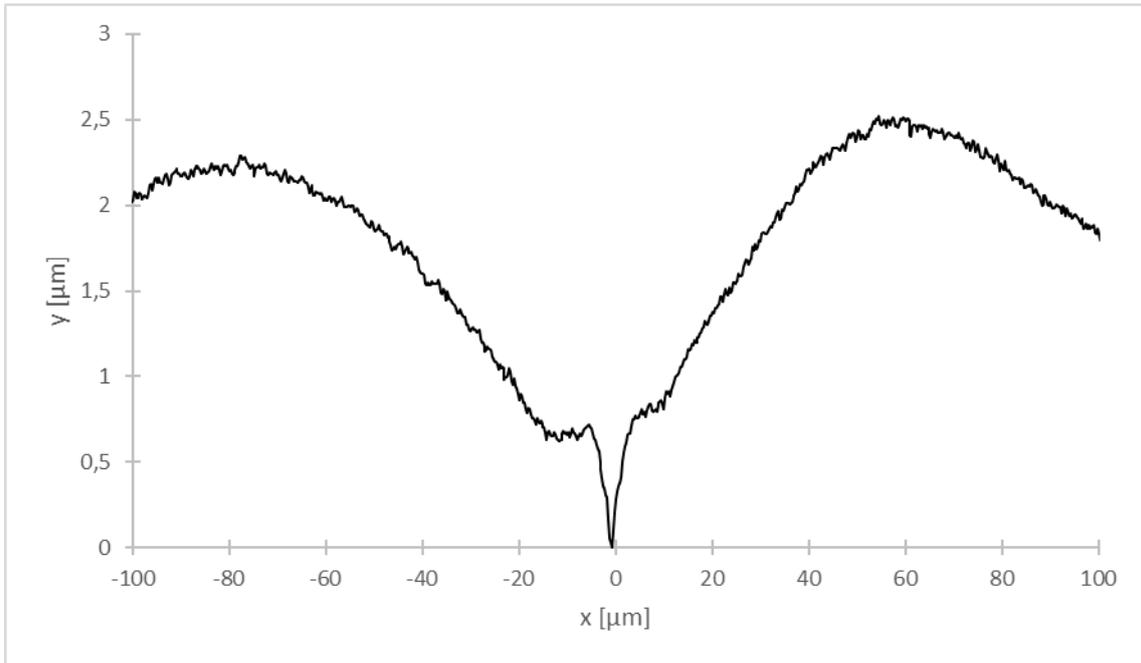


Figura A.143. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -3^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

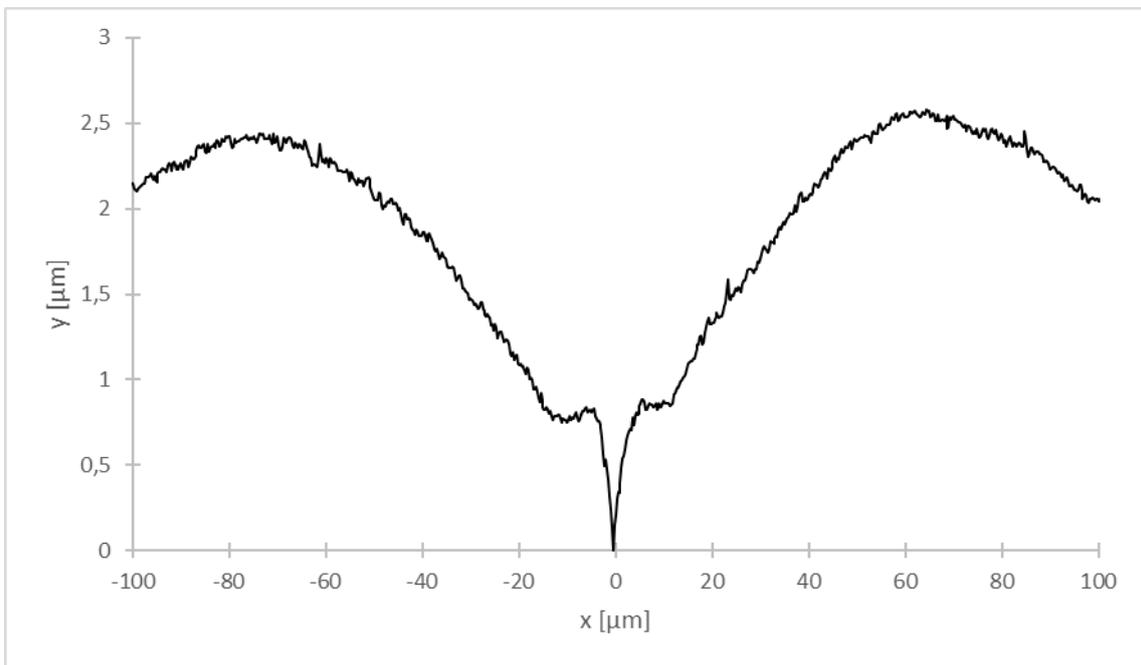


Figura A.144. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

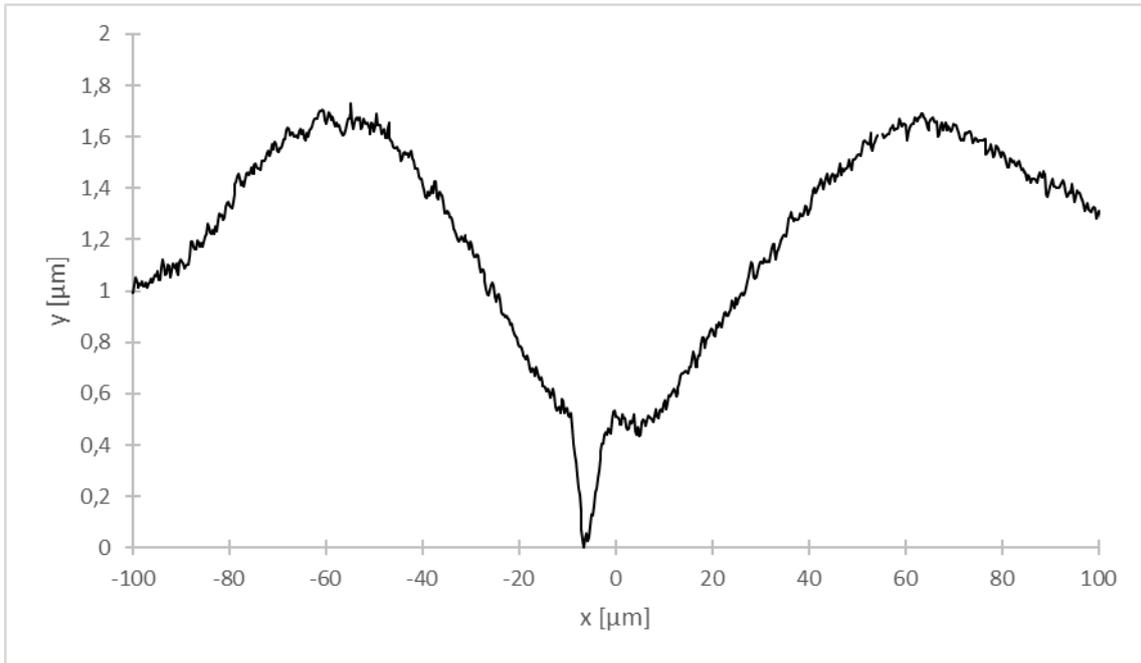


Figura A.145. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 5 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$.

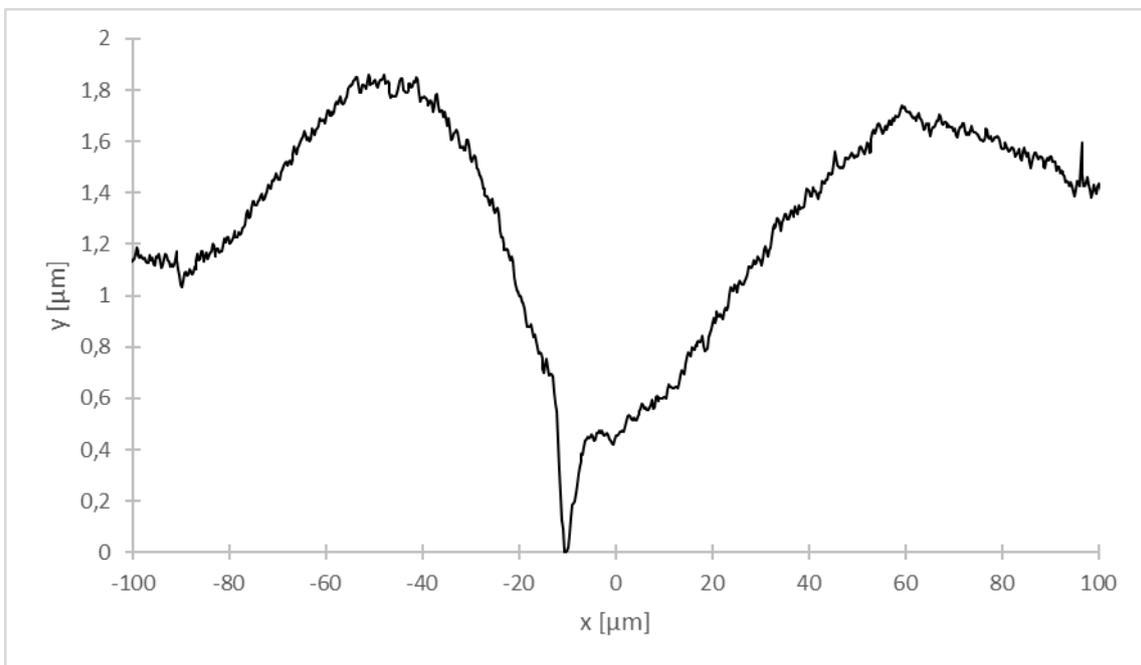


Figura A.146. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 22^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$.

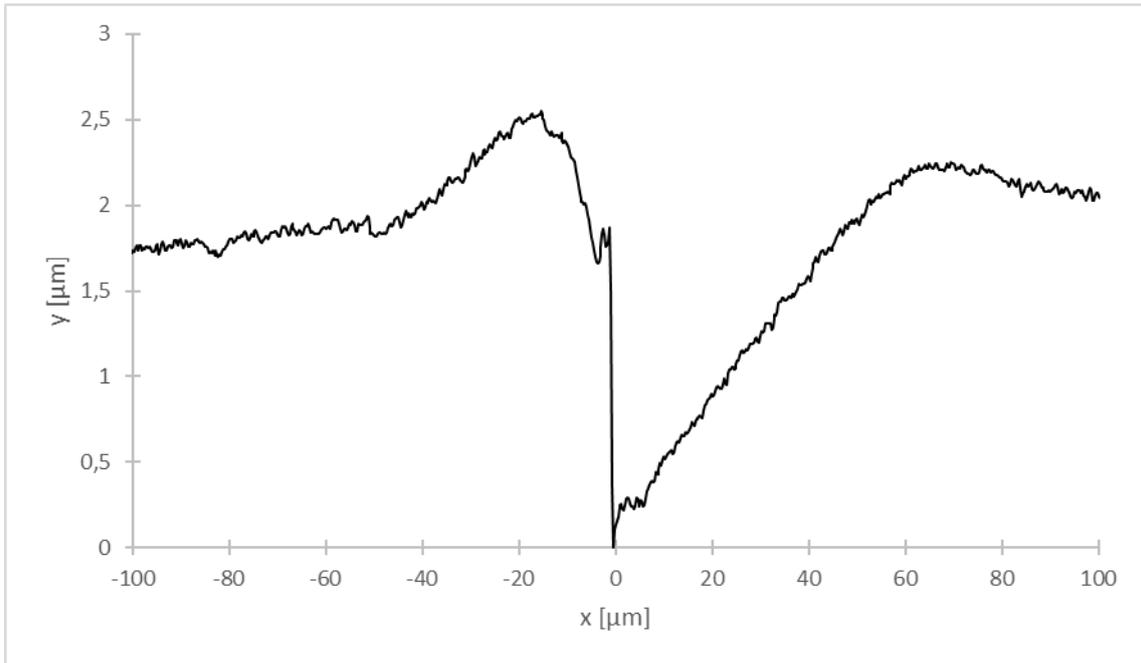


Figura A.147. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 32^\circ \pm 1^\circ$.

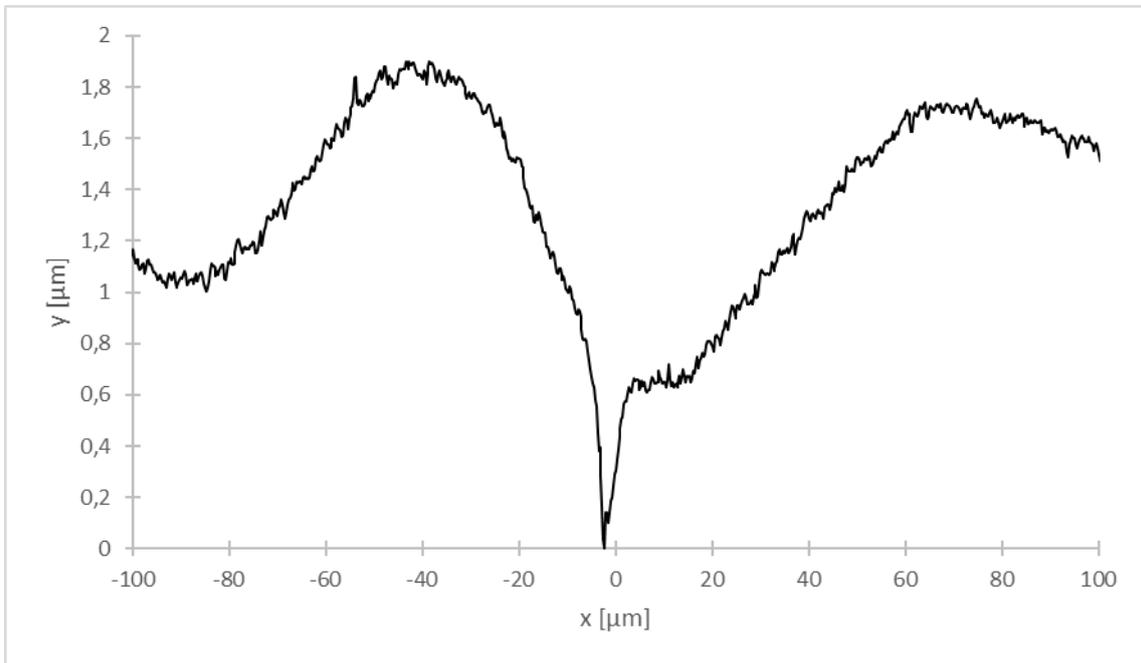


Figura A.148. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 13^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 15 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -2 \text{ } \mu\text{m}$.

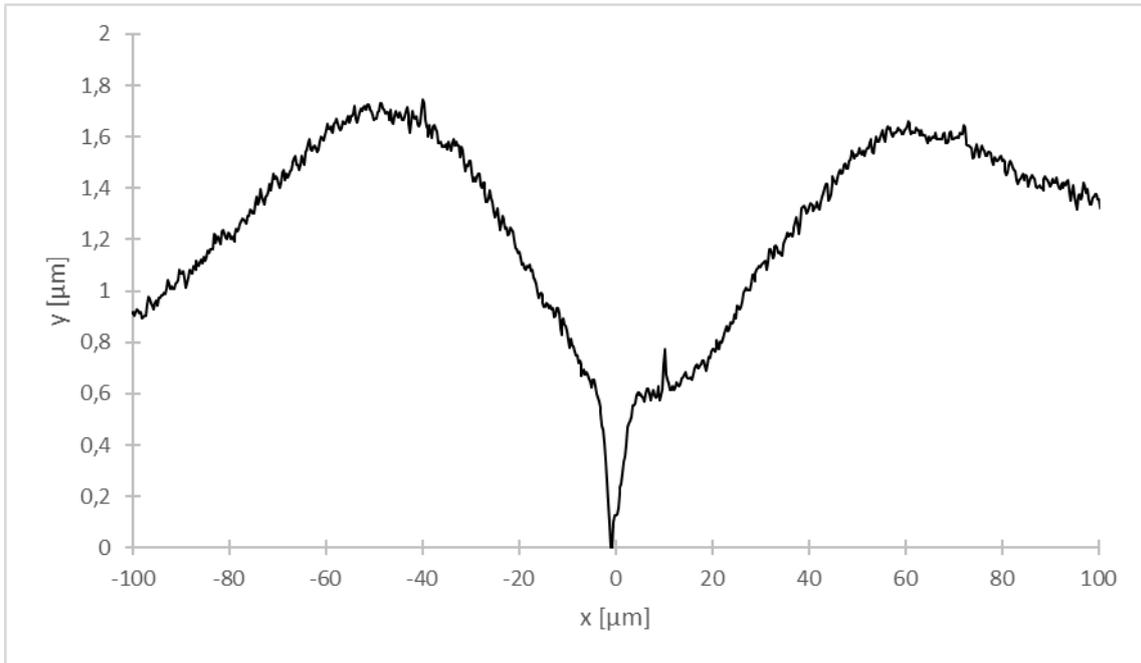


Figura A.149. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 7^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

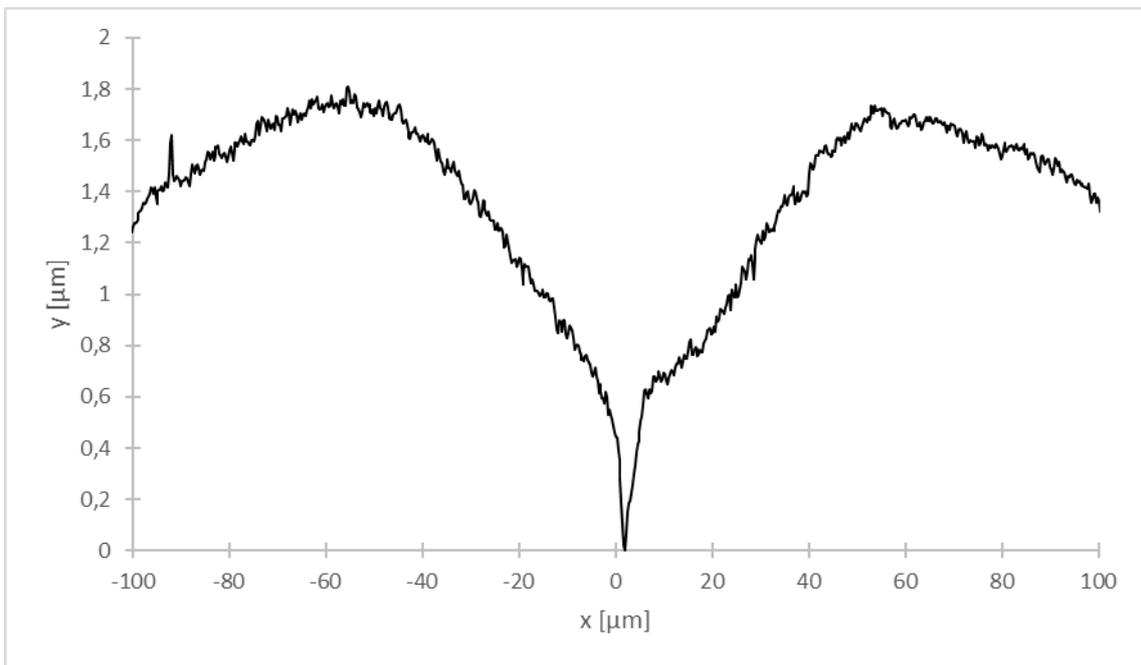


Figura A.150. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 3^\circ \pm 1^\circ$.

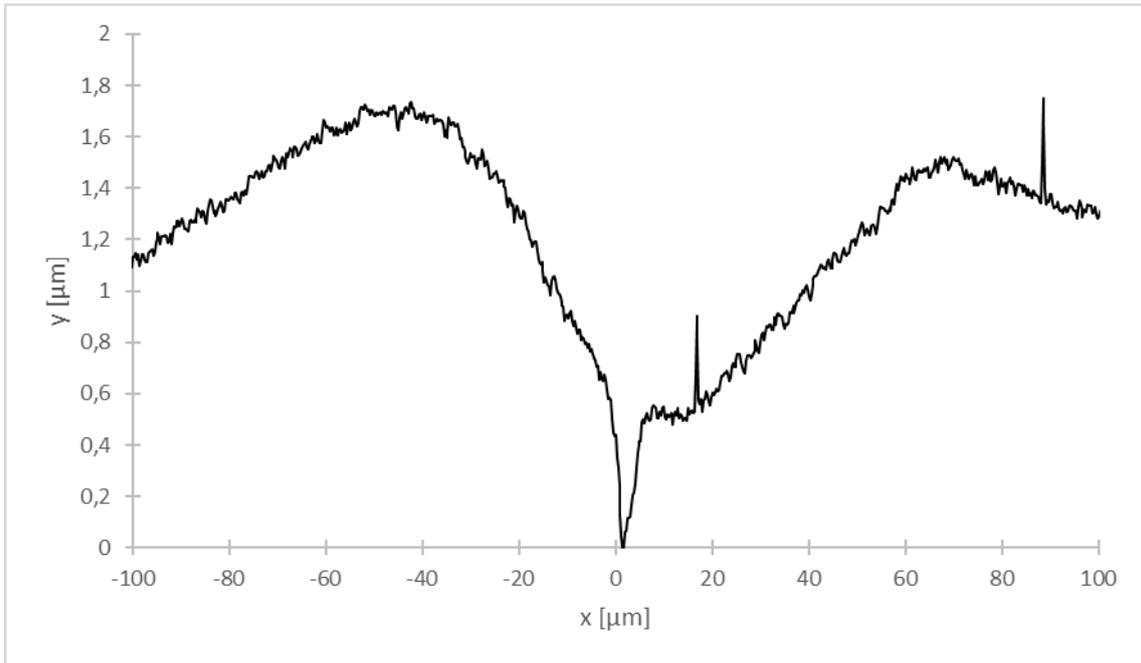


Figura A.151. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 17 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

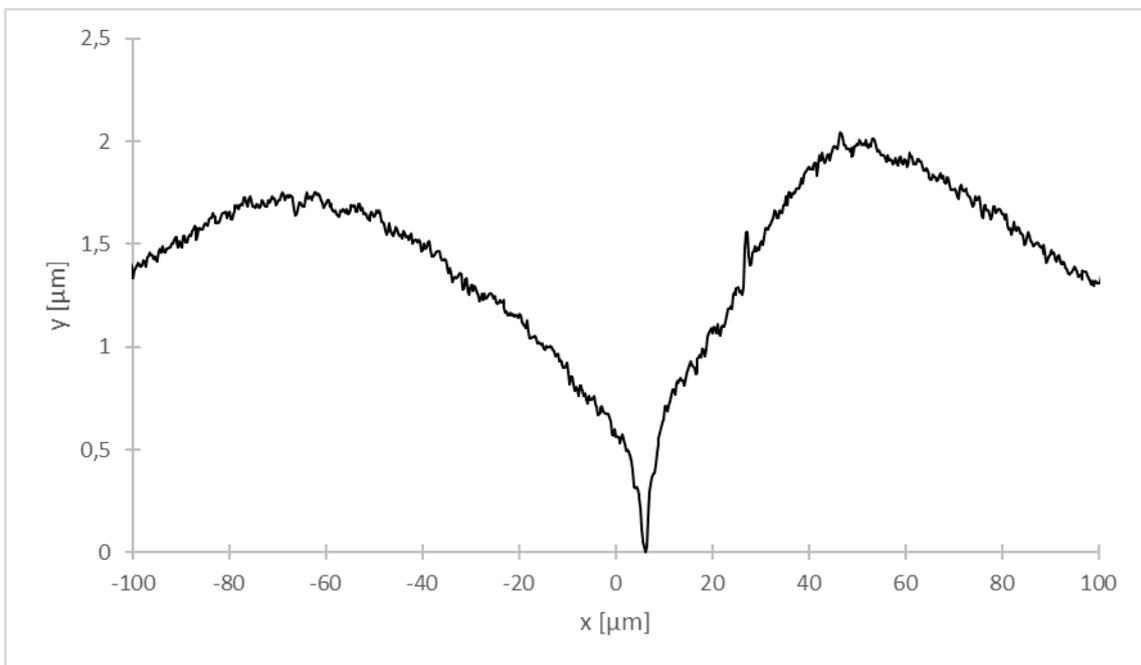


Figura A.152. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -10^\circ \pm 1^\circ$.

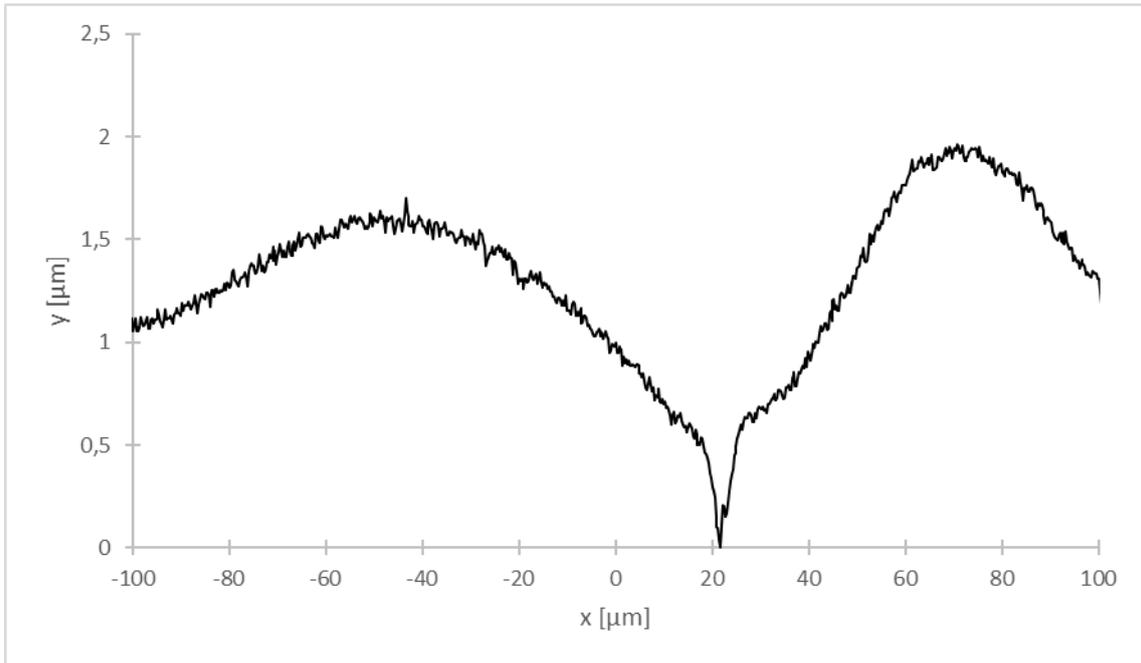


Figura A.153. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -5^\circ \pm 1^\circ$.

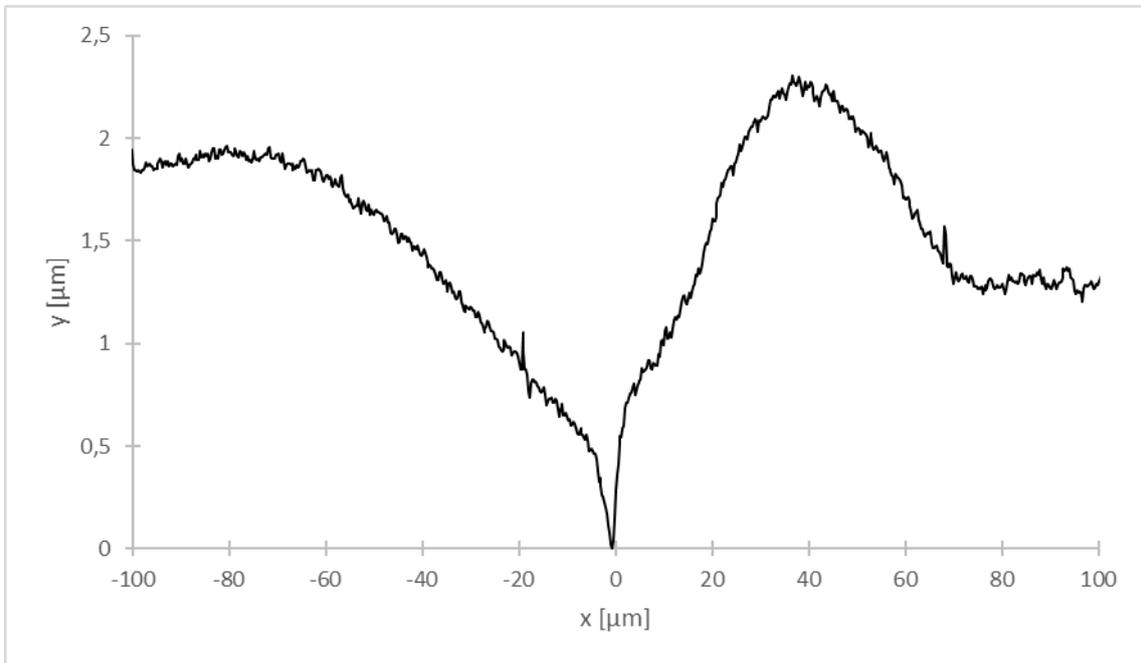


Figura A.154. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -16^\circ \pm 1^\circ$.

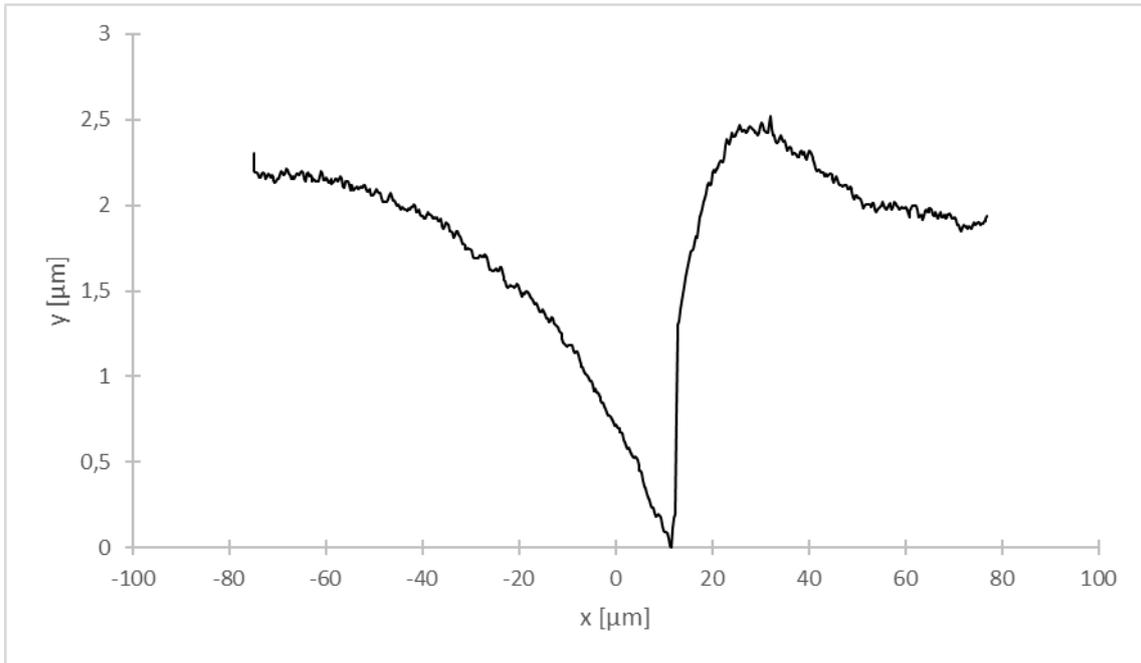


Figura A.155. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -44^\circ \pm 1^\circ$.

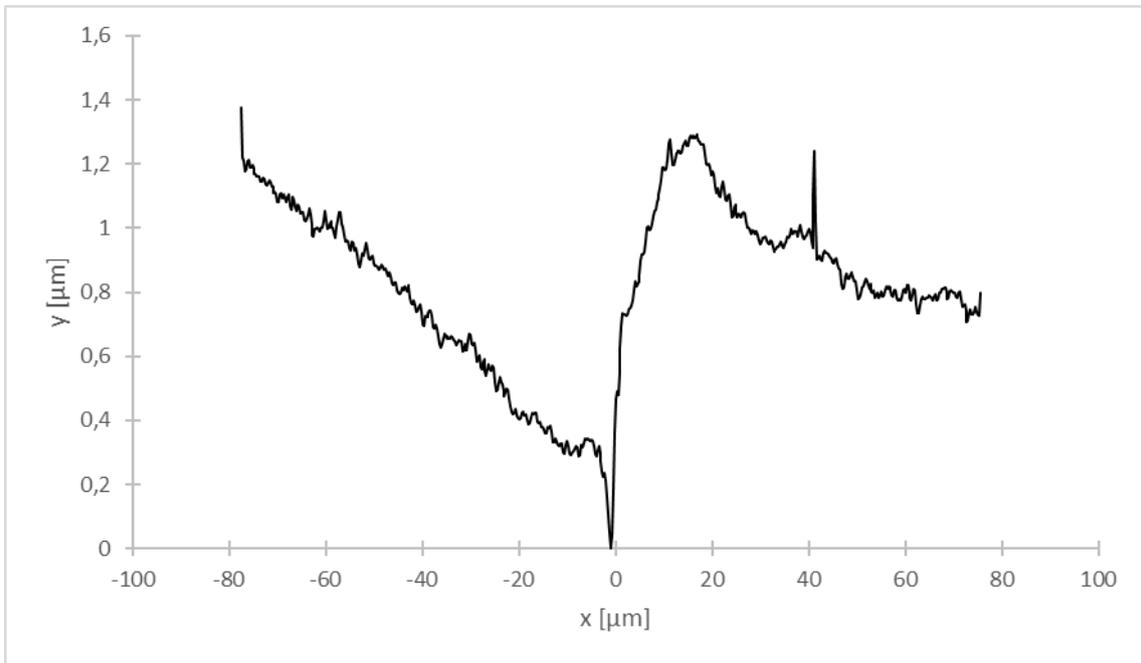


Figura A.156. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -50^\circ \pm 1^\circ$.

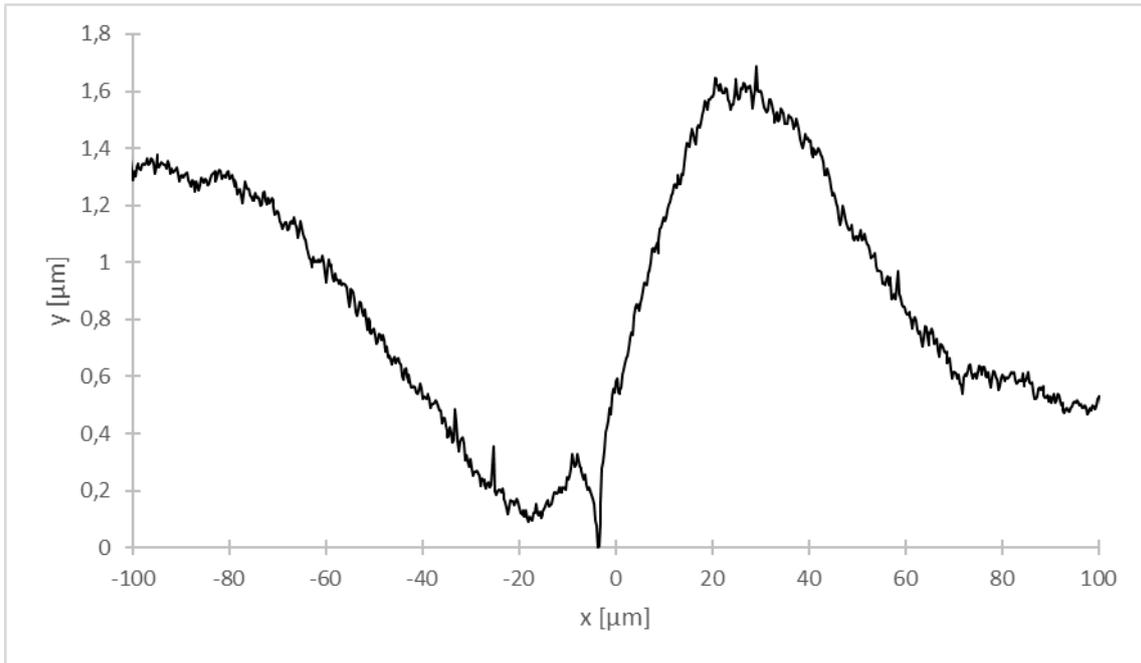


Figura A.157. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (70^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -22^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -5 \text{ } \mu\text{m}$.

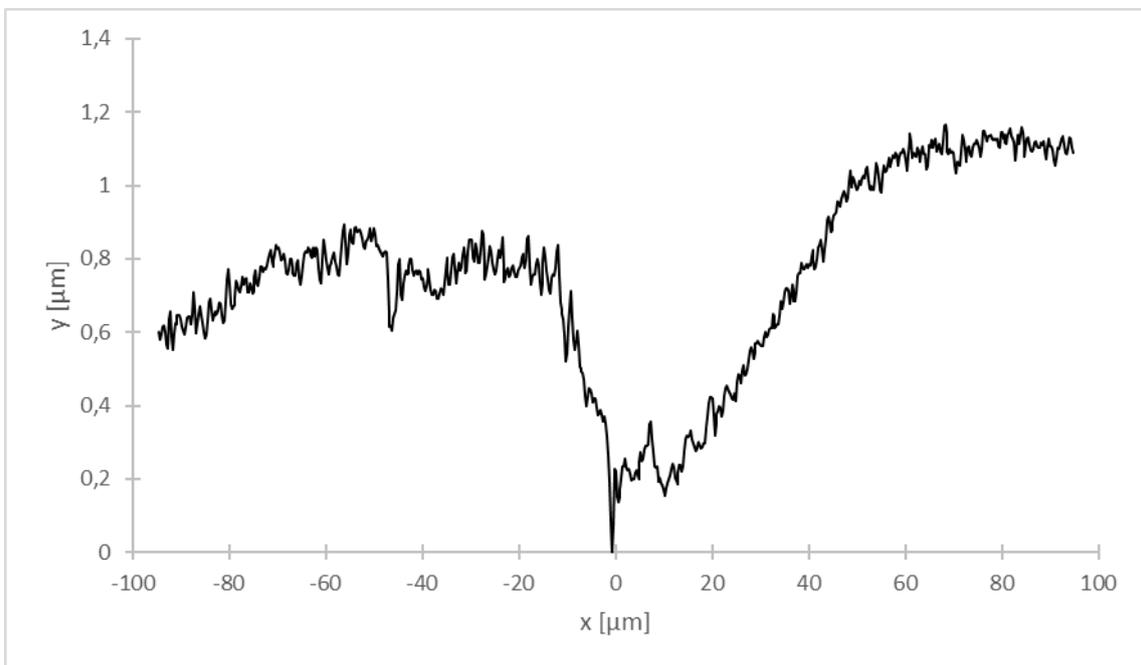


Figura A.158. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 35^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

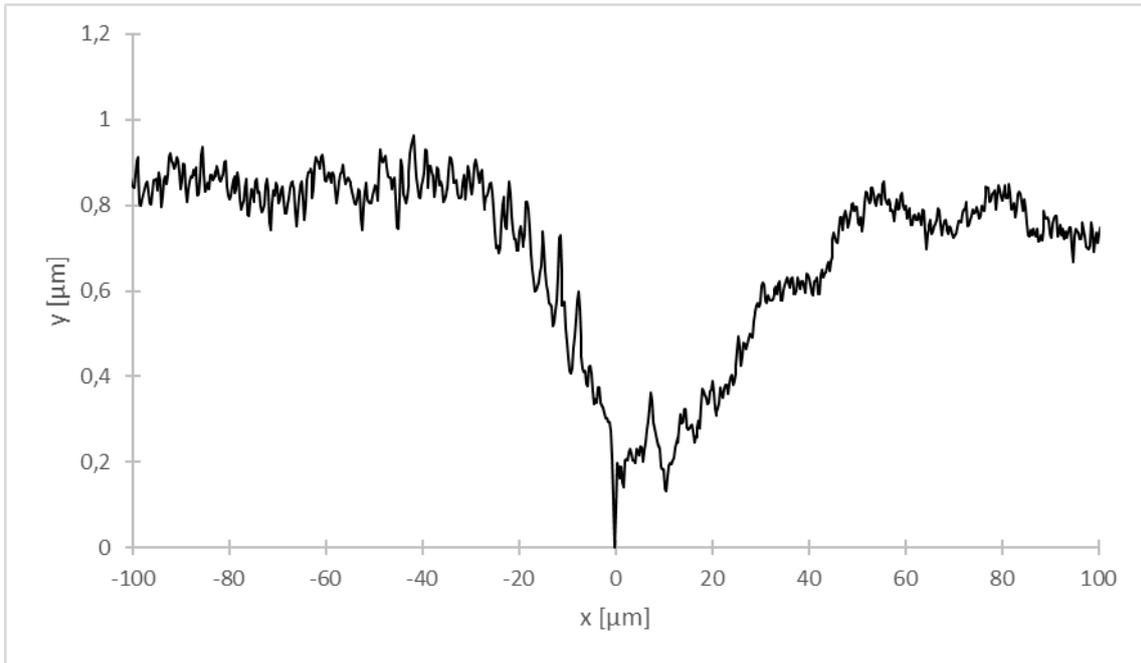


Figura A.159. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 33^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

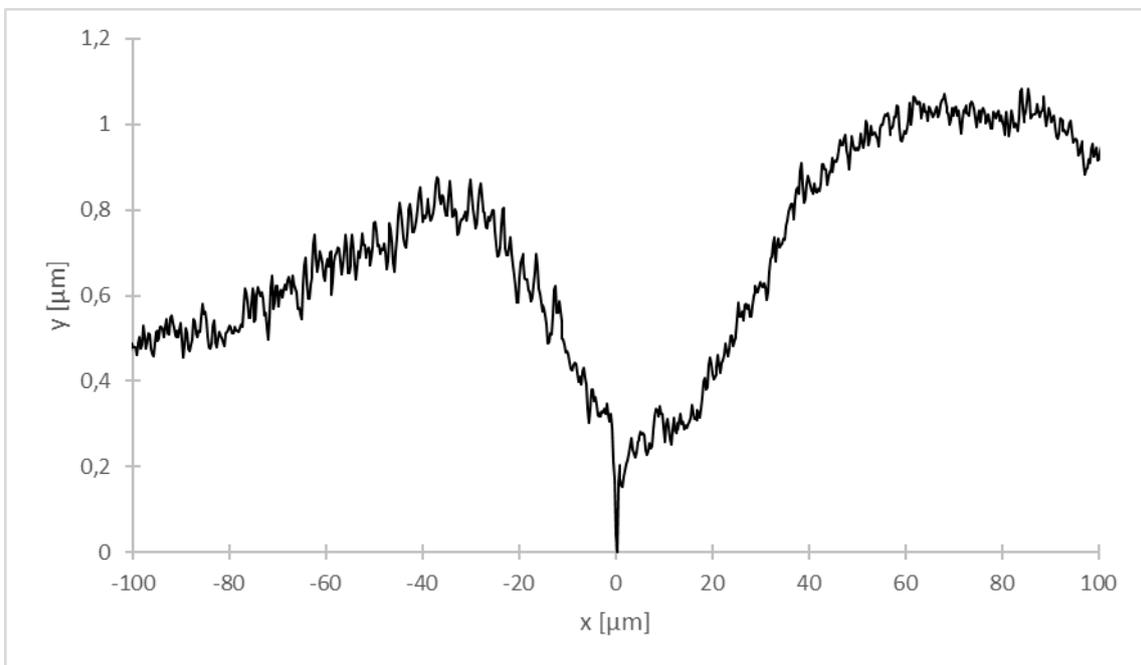


Figura A.160. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 27^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

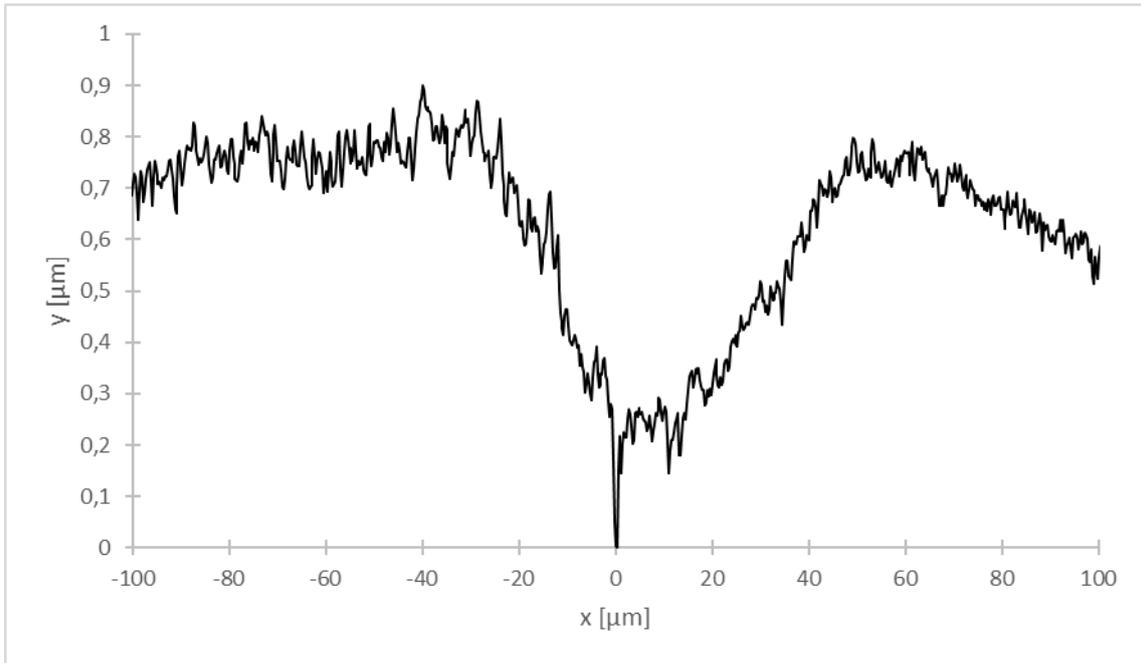


Figura A.161. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 26^\circ \pm 1^\circ$.

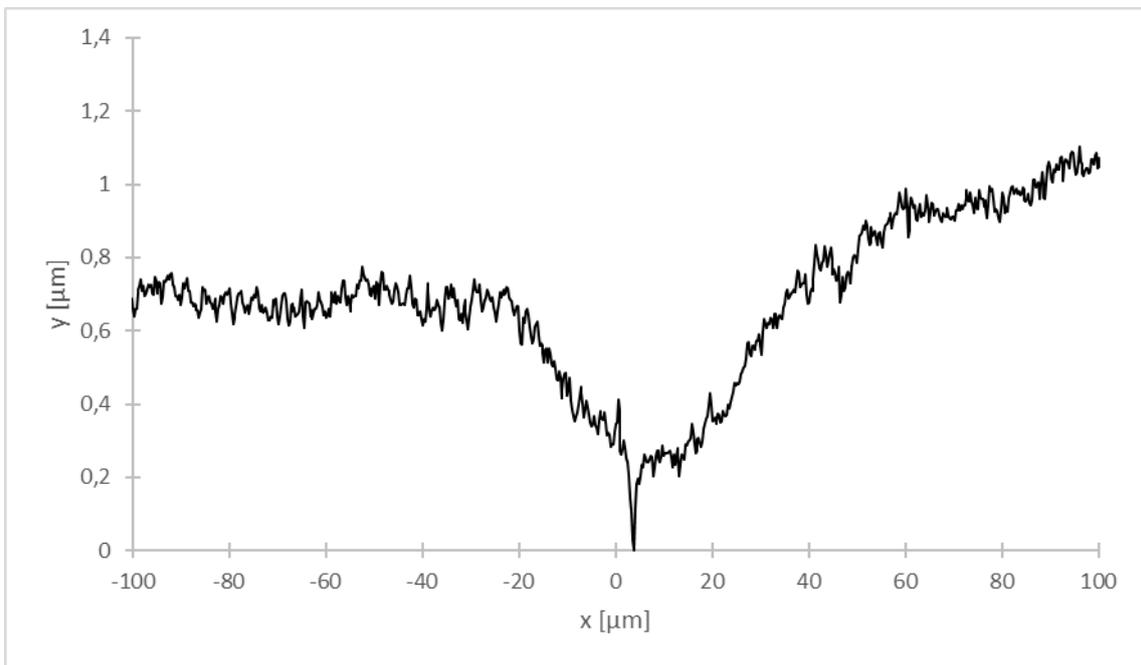


Figura A.162. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 13^\circ \pm 1^\circ$.

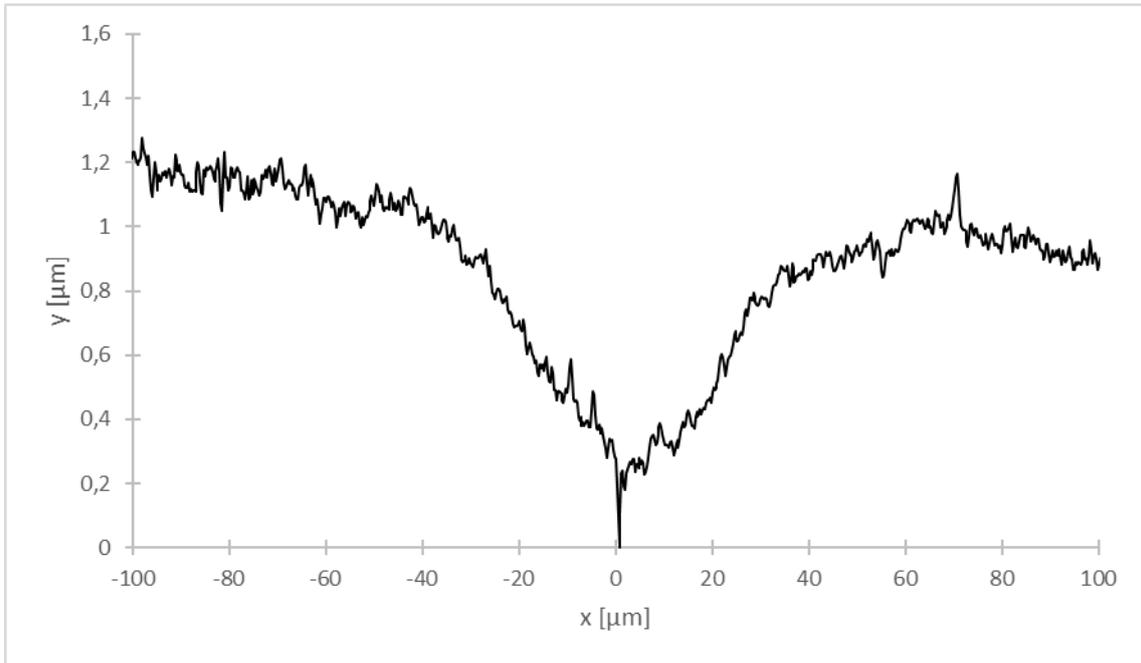


Figura A.163. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 6^\circ \pm 1^\circ$.

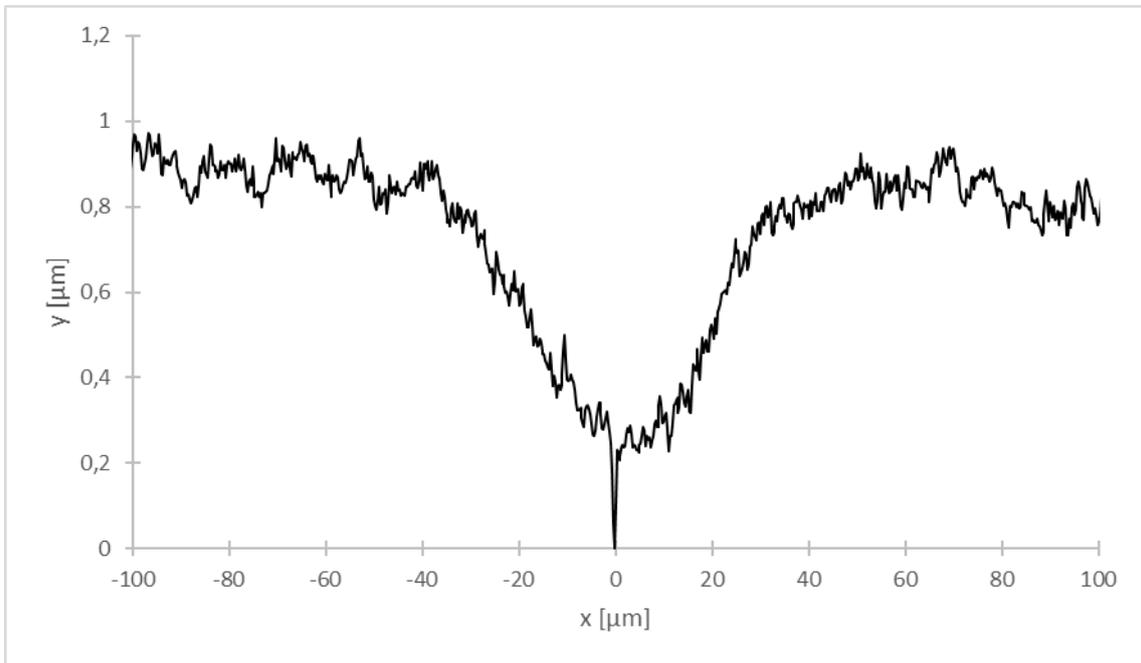


Figura A.164. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 9^\circ \pm 1^\circ$.

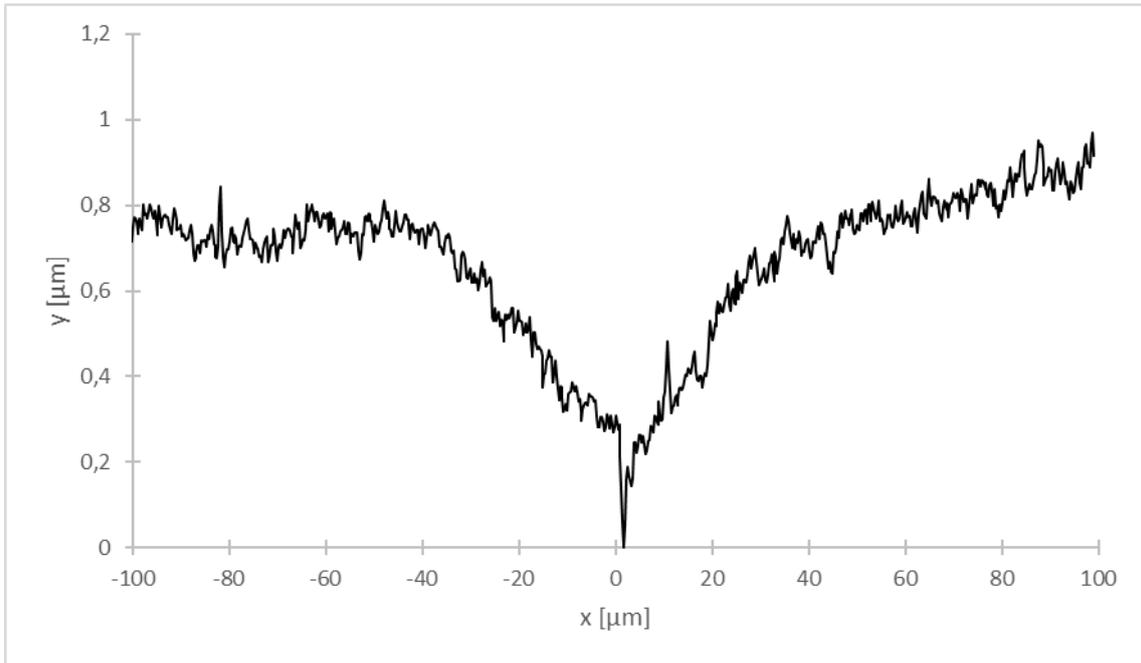


Figura A.165. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$.

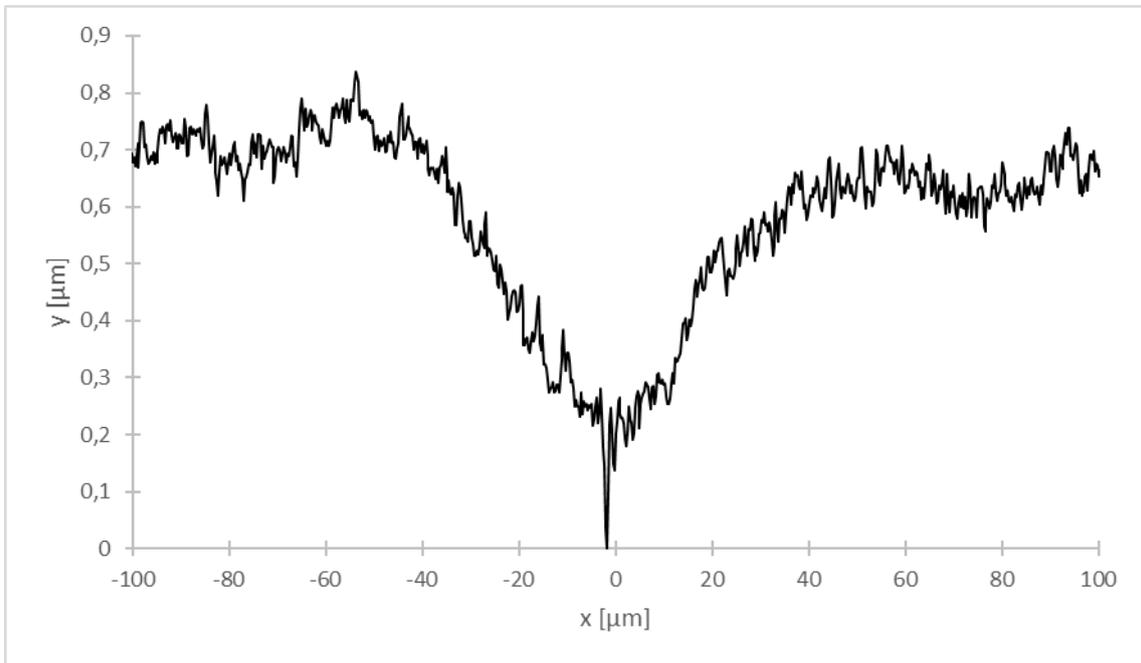


Figura A.166. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$.

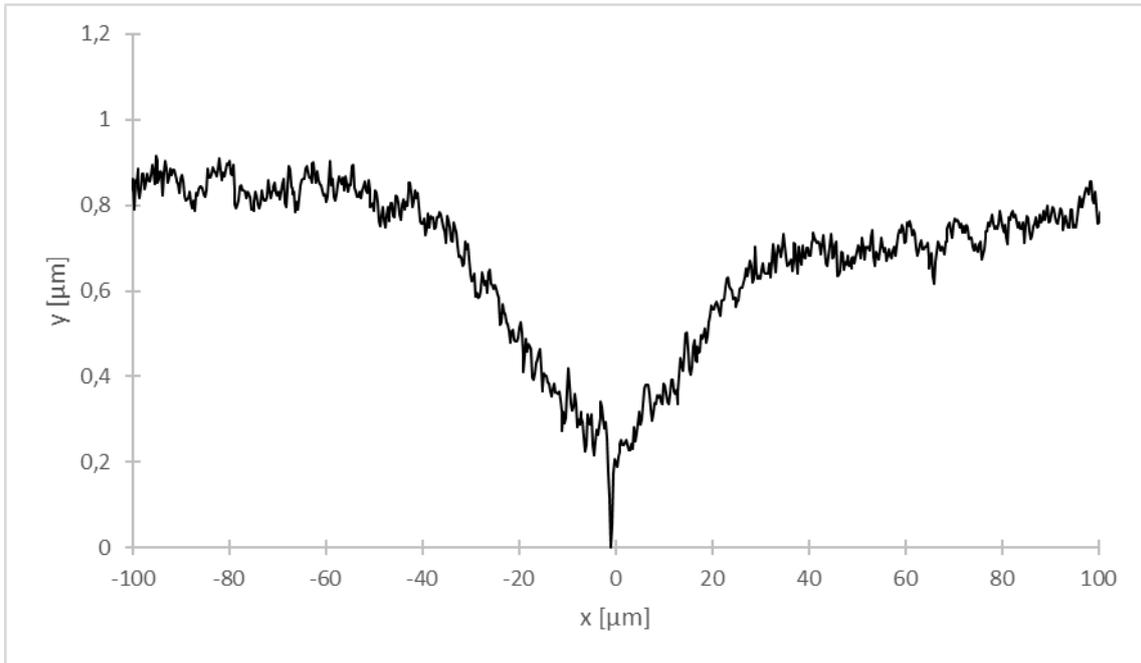


Figura A.167. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 9^\circ \pm 1^\circ$.

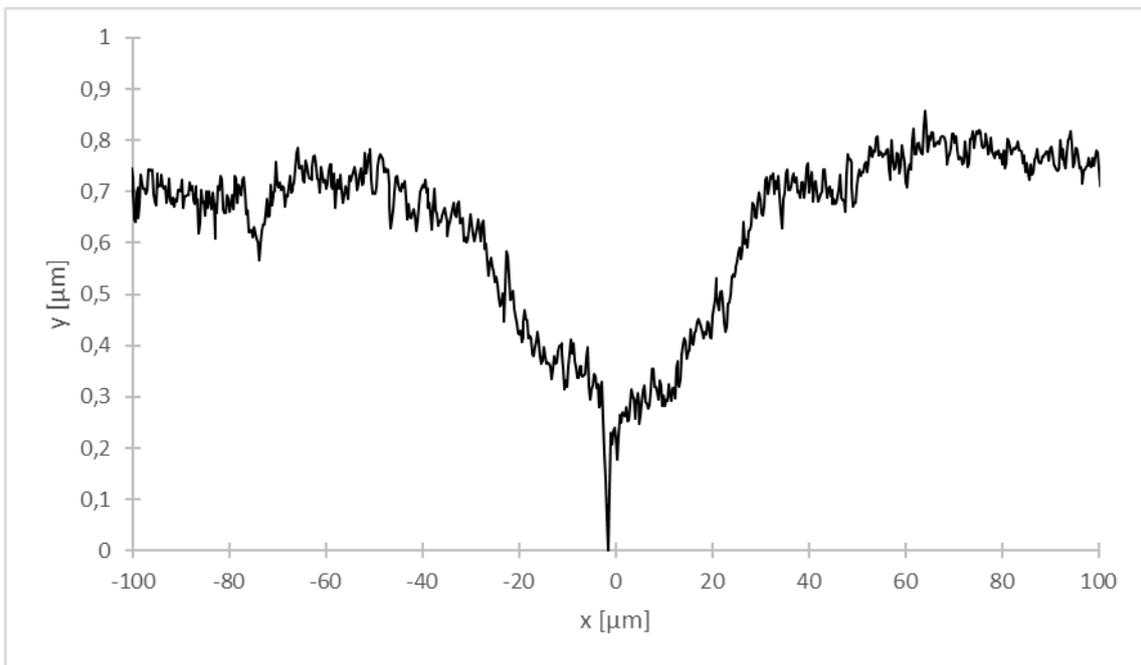


Figura A.168. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 6^\circ \pm 1^\circ$.

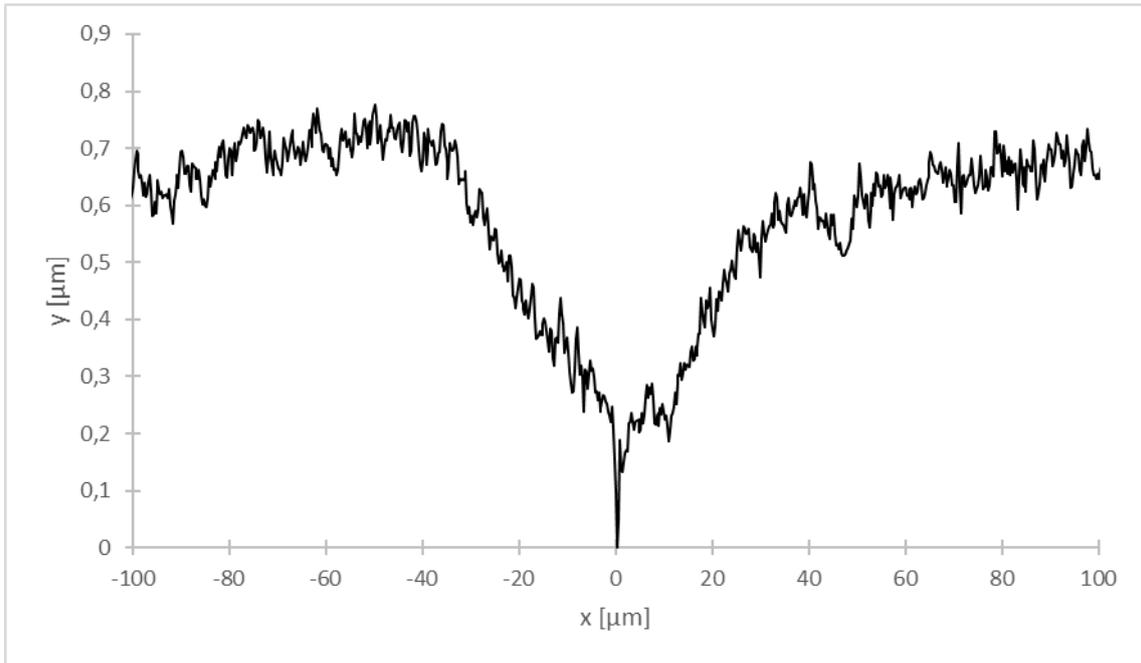


Figura A.169. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$.

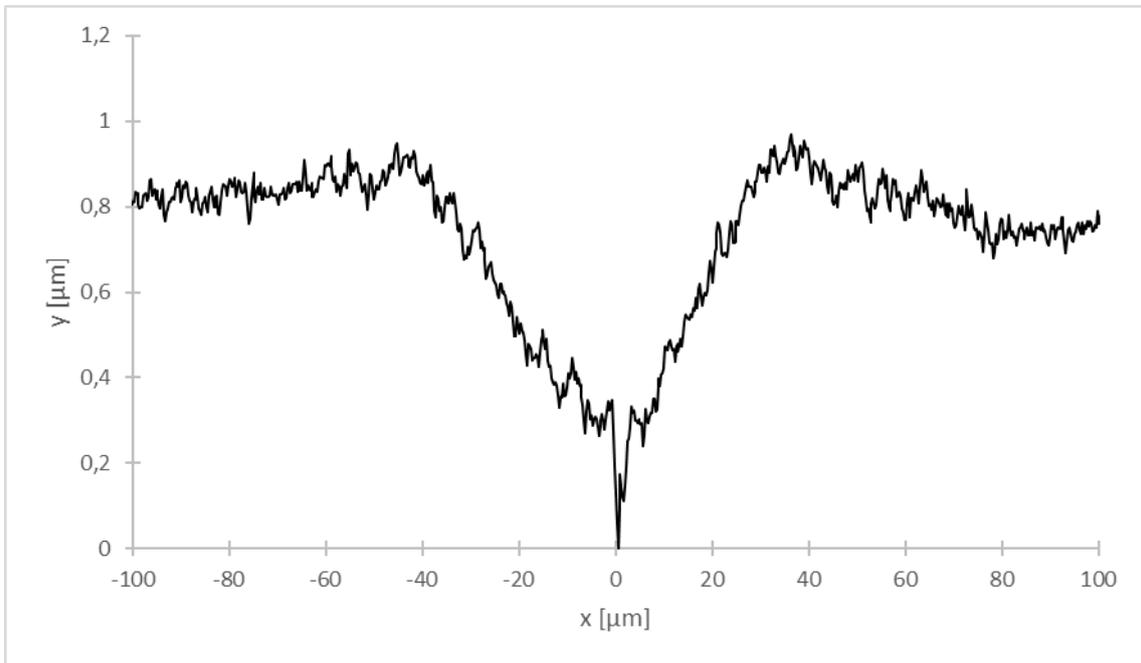


Figura A.170. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$.

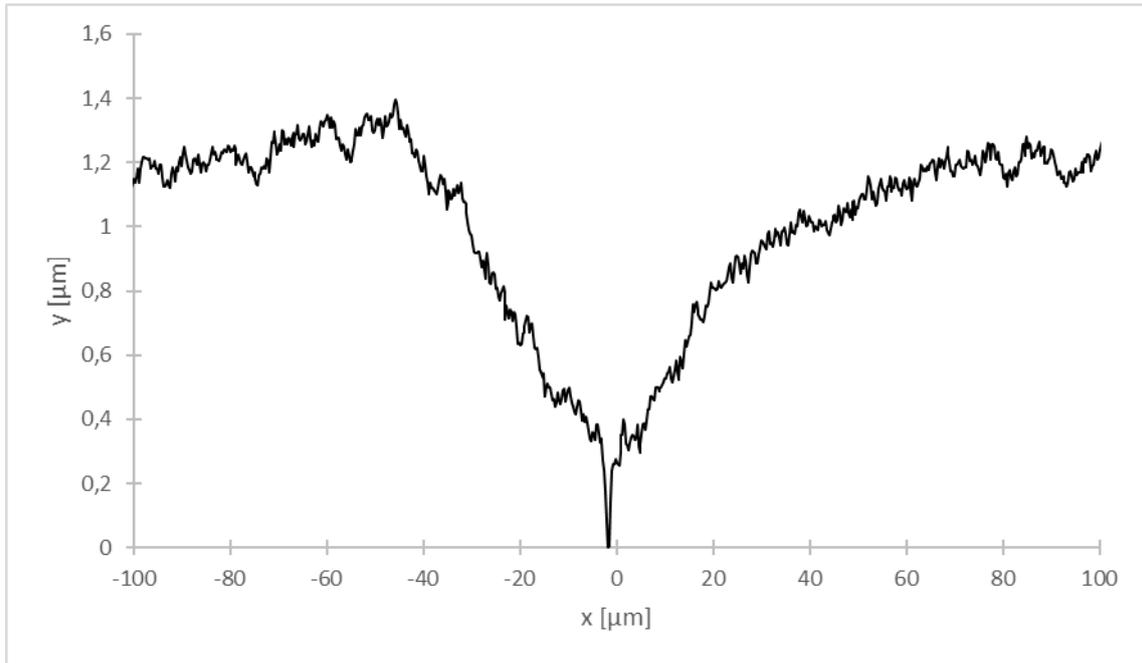


Figura A.171. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$.

Apéndice B. Perfiles de borde grano en muestras $\langle 0001 \rangle / \varphi$

A continuación, se muestran perfiles para zonas de distintas muestras bicristalinas $\langle 0001 \rangle / \varphi$. Cada perfil es representativo del conjunto de perfiles tomados y medidos (entre 3 y 5) en una zona para una dada inclinación α (ver sección “Medición de la energía relativa superficial del BG”). La consideración respecto de inclinaciones α indistinguibles es la misma que se explicó para el caso $\langle 11\bar{2}0 \rangle / \varphi$. Es importante recordar que si bien todas las figuras se muestran con línea continua, las líneas de tendencia para la determinación de θ se hacen sobre puntos coordinados (no sobre las líneas de unión); esto es de vital importancia desde la Figura B.53 a la Figura B.70. En todos los casos (salvo que se indique en la figura), el BG se encuentra en el mínimo valor más cercano a $x = 0 \mu\text{m}$:

- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.1 a Figura B.9.
- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.10 a Figura B.18.
- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.19 a Figura B.22.
- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.23 a Figura B.28.
- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (60^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.29 a Figura B.36.
- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (48^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.37 a Figura B.52.
- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.53 a Figura B.58.
- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.59 a Figura B.61.
- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.62 a Figura B.65.
- Bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$ con $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; Figura B.66 a Figura B.70.

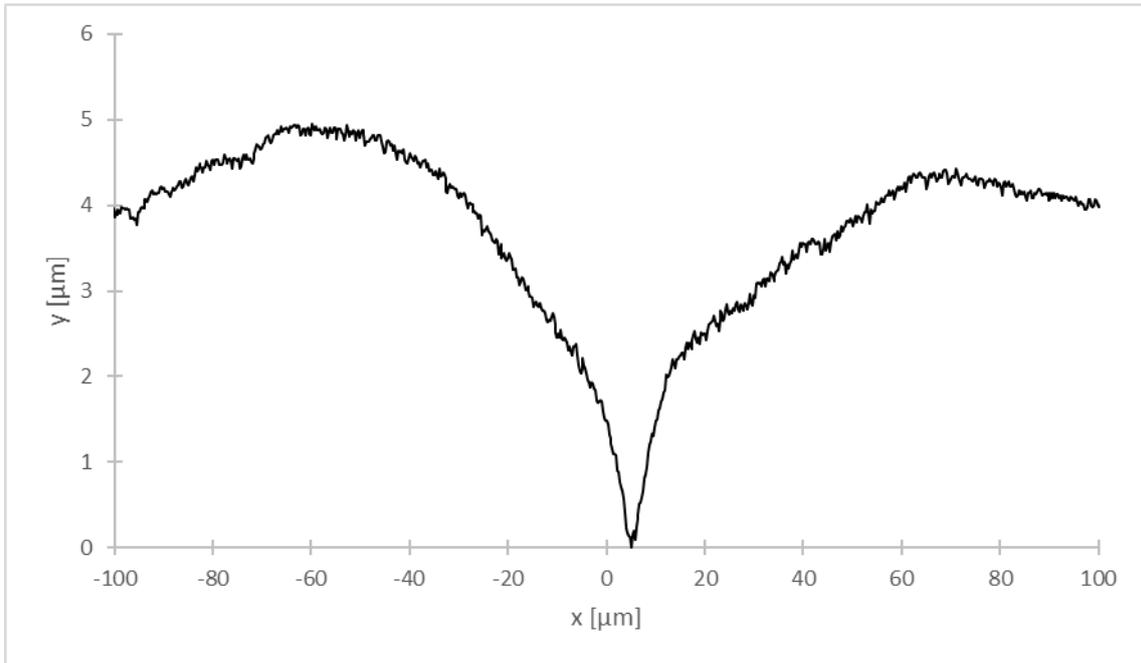


Figura B.1. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 24^\circ \pm 1^\circ$.

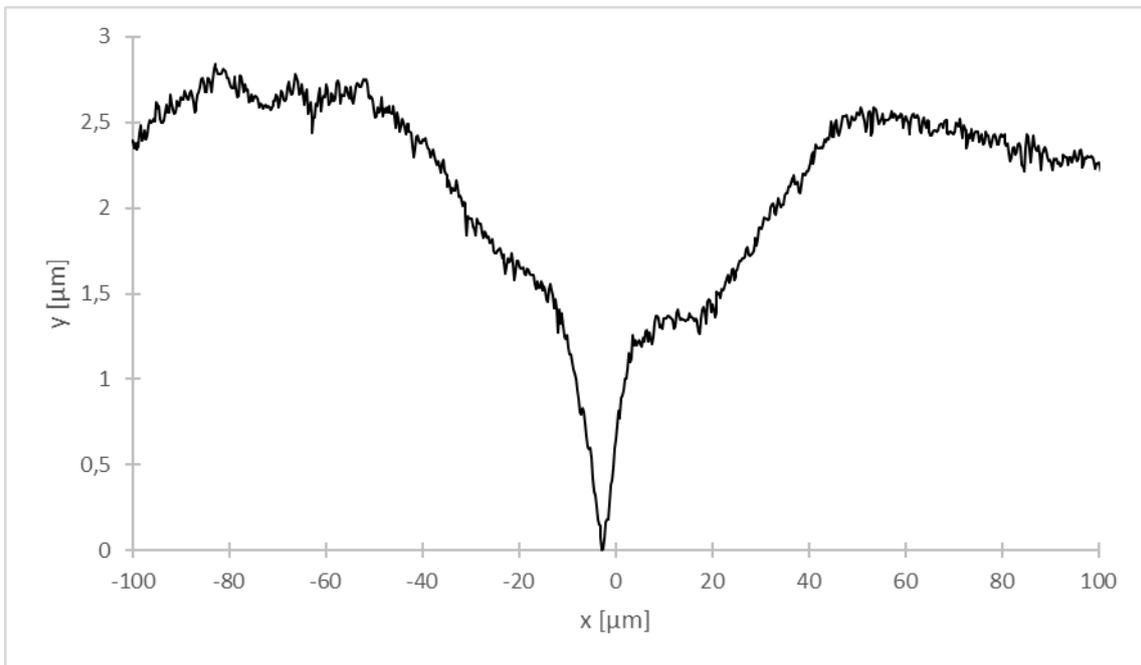


Figura B.2. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 26^\circ \pm 1^\circ$.

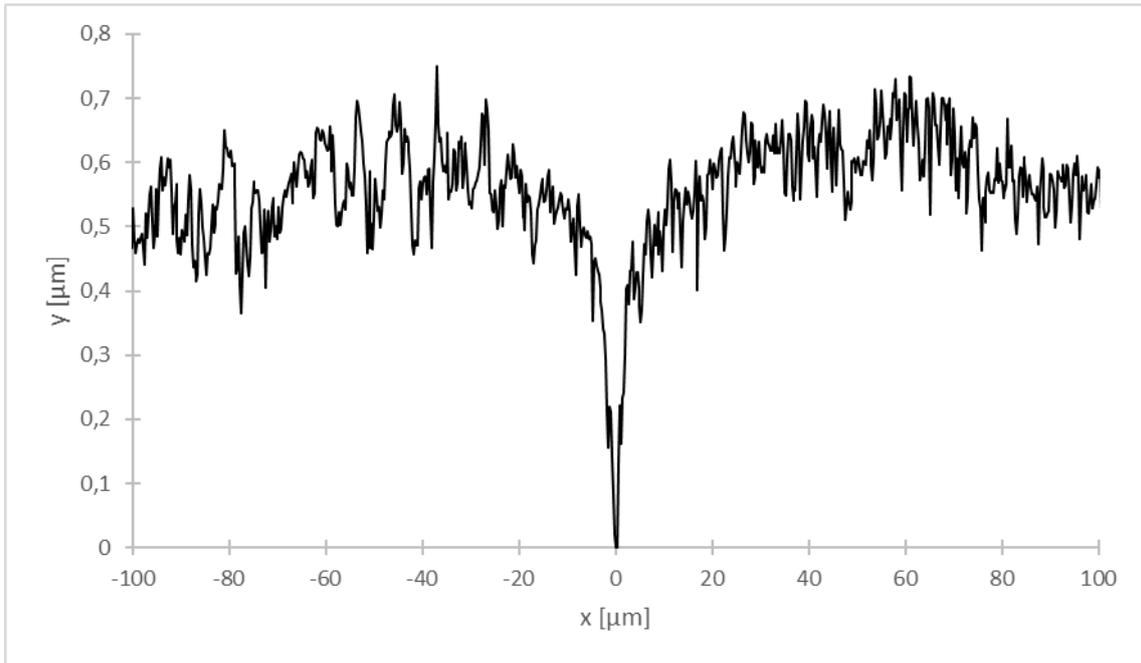


Figura B.3. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 11^\circ \pm 1^\circ$.

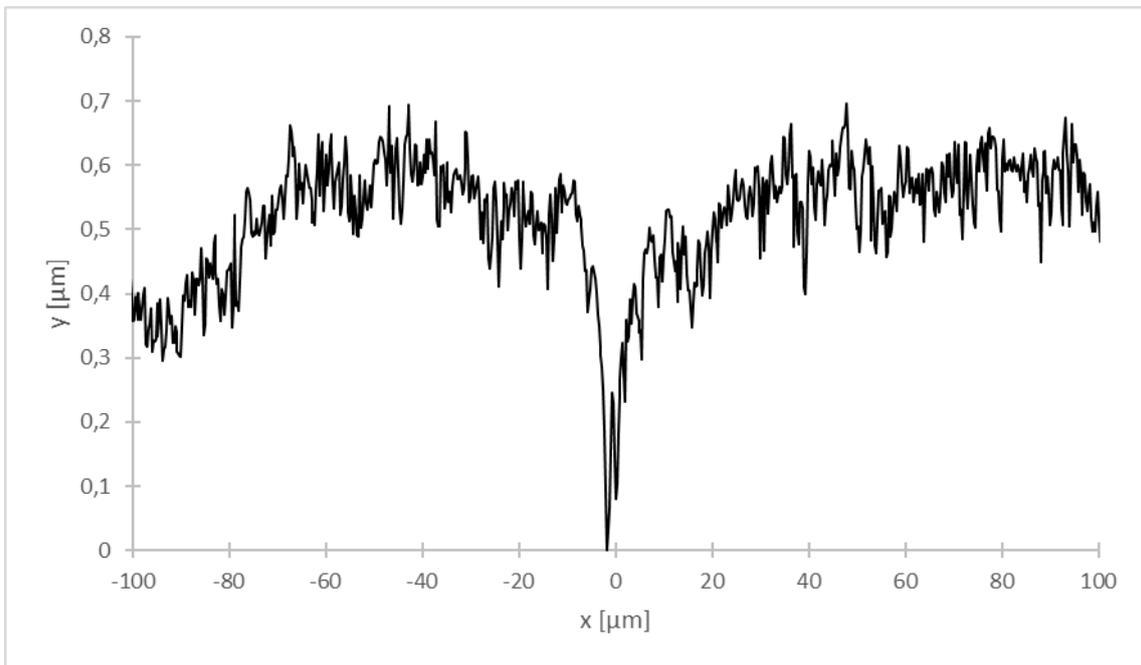


Figura B.4. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 21^\circ \pm 1^\circ$.

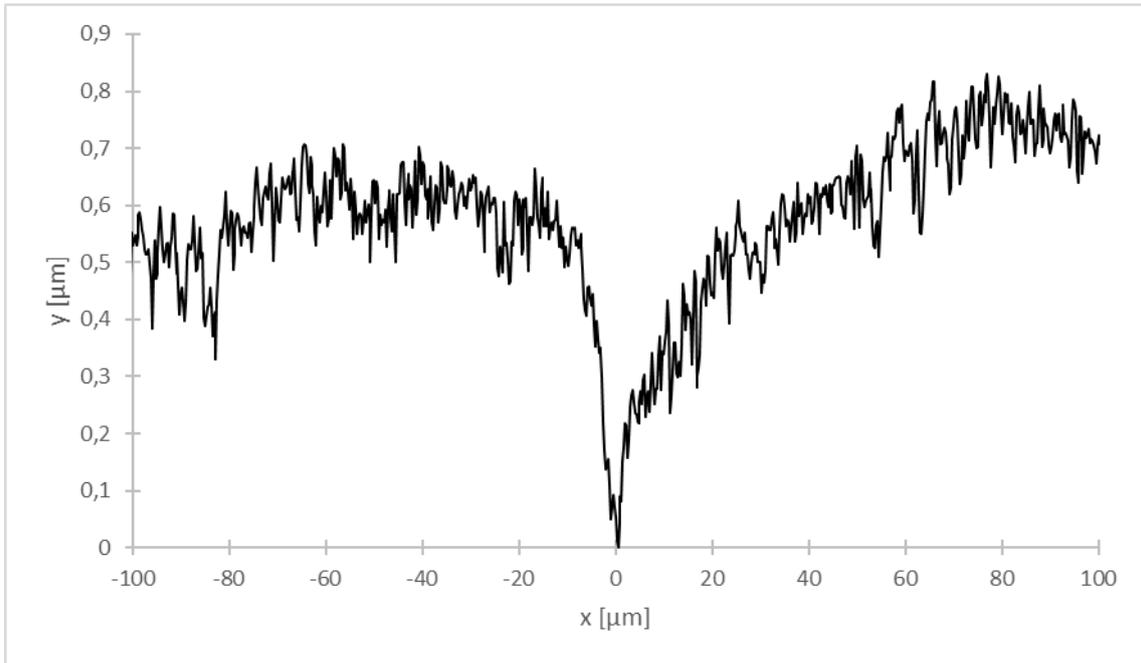


Figura B.5. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 29^\circ \pm 1^\circ$.

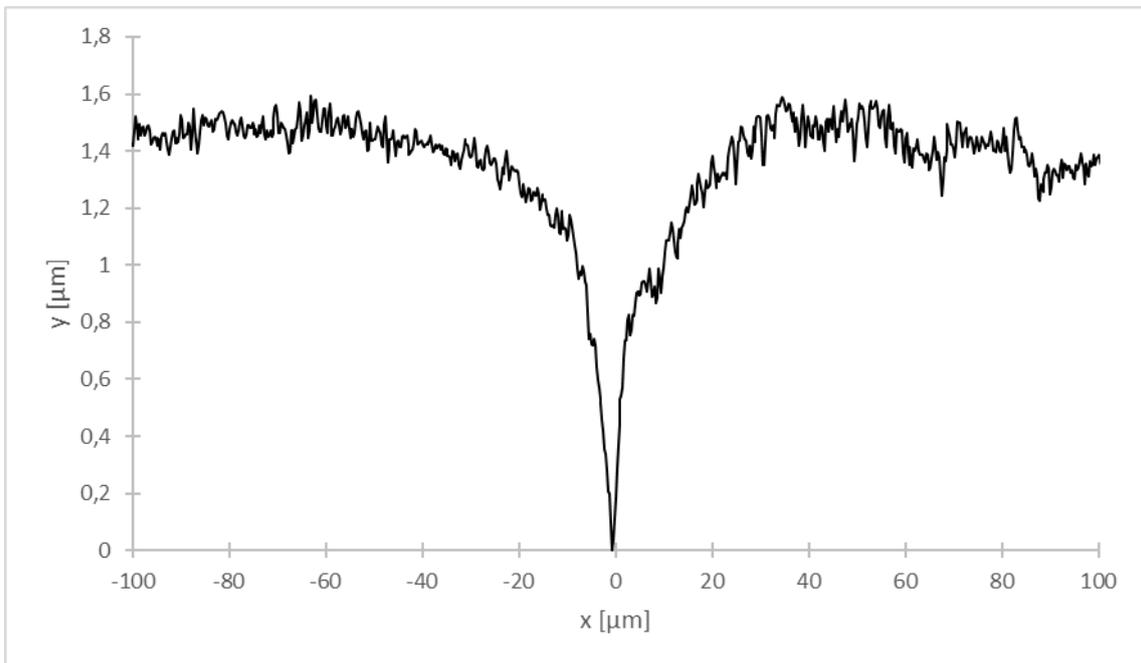


Figura B.6. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 26^\circ \pm 1^\circ$.

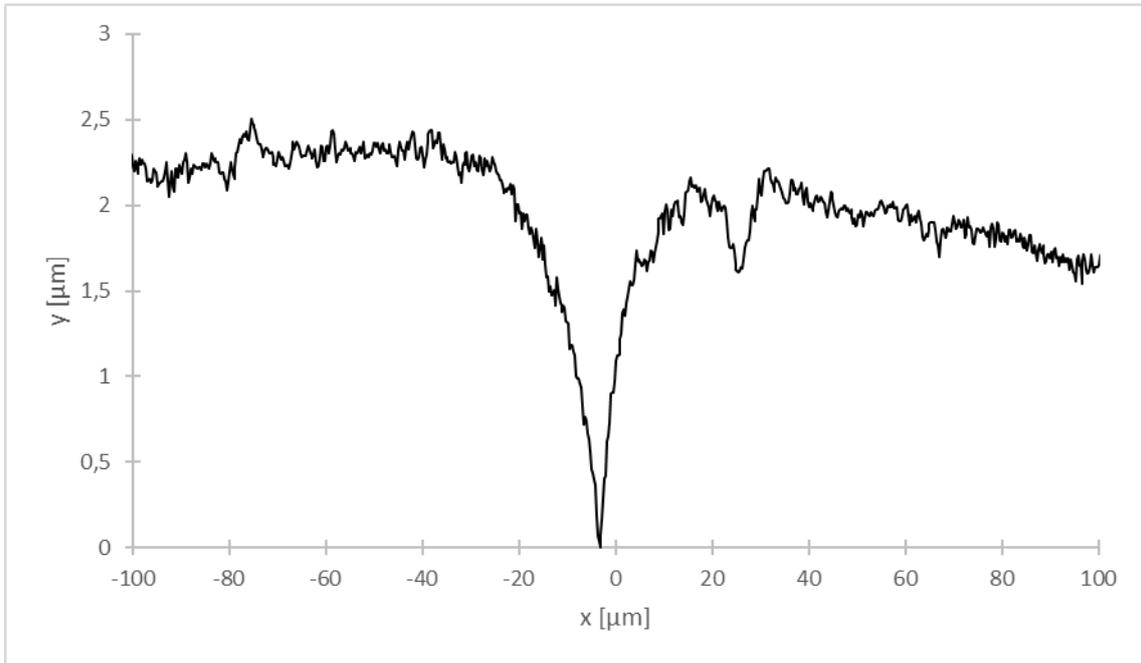


Figura B.7. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 20^\circ \pm 1^\circ$.

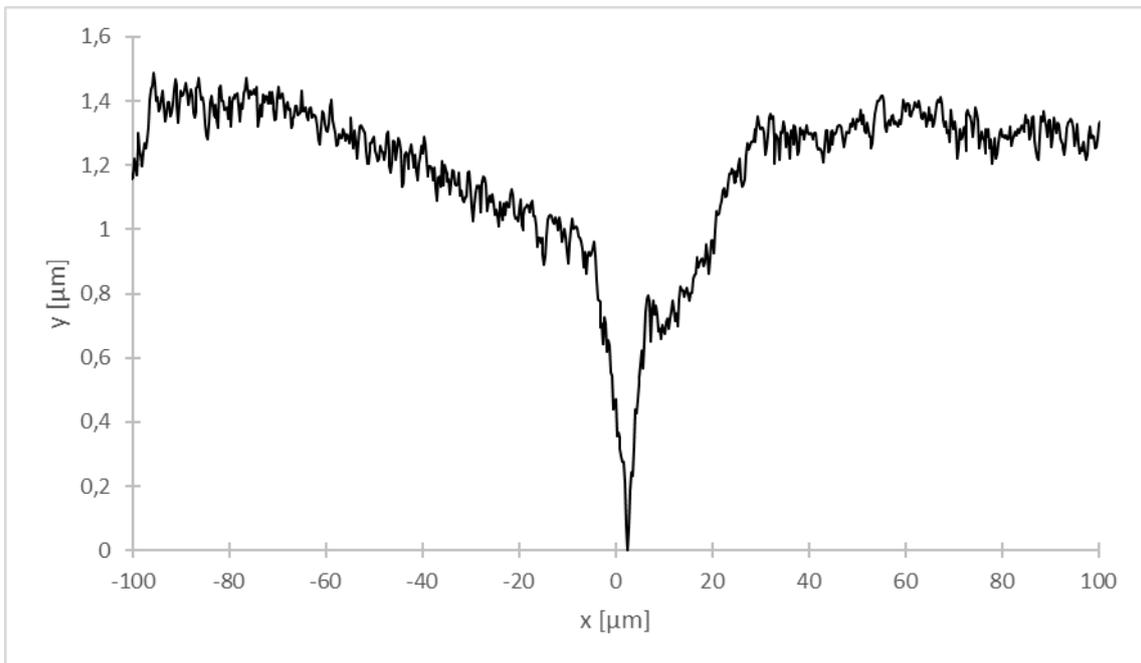


Figura B.8. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 18^\circ \pm 1^\circ$.

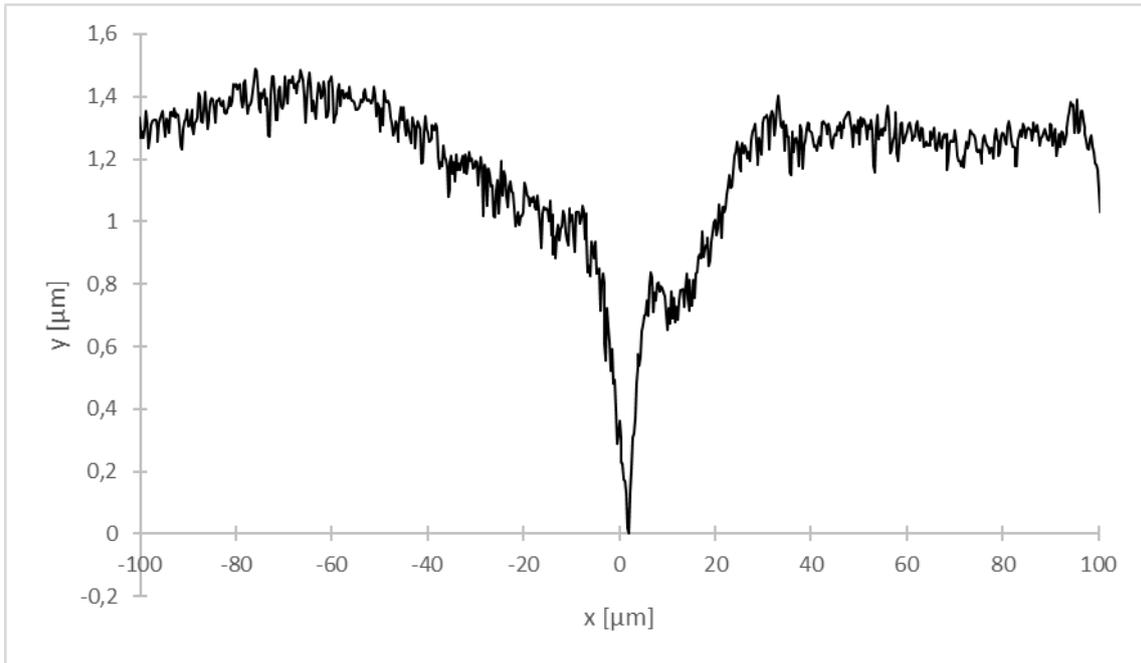


Figura B.9. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 22^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

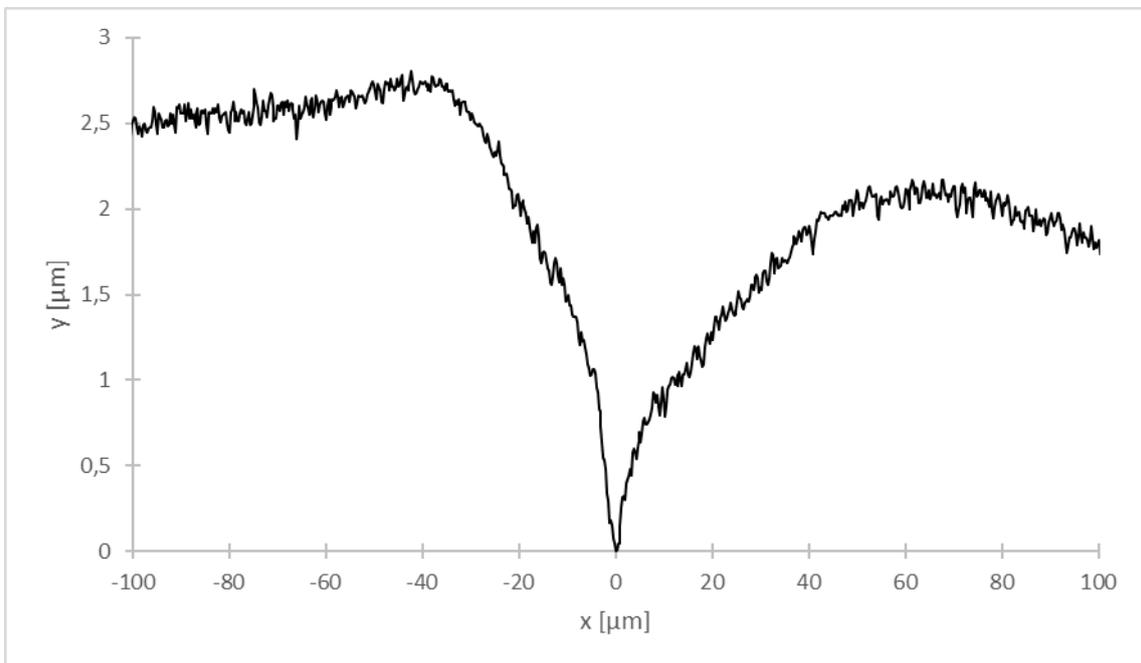


Figura B.10. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 23^\circ \pm 1^\circ$.

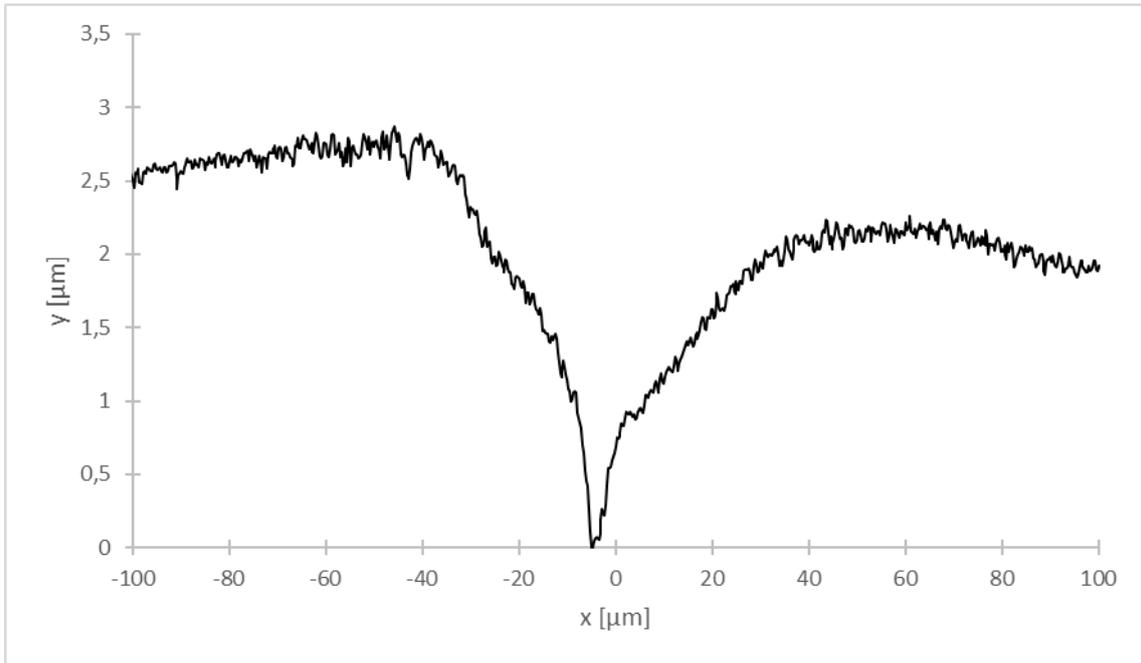


Figura B.11. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 27^\circ \pm 1^\circ$.

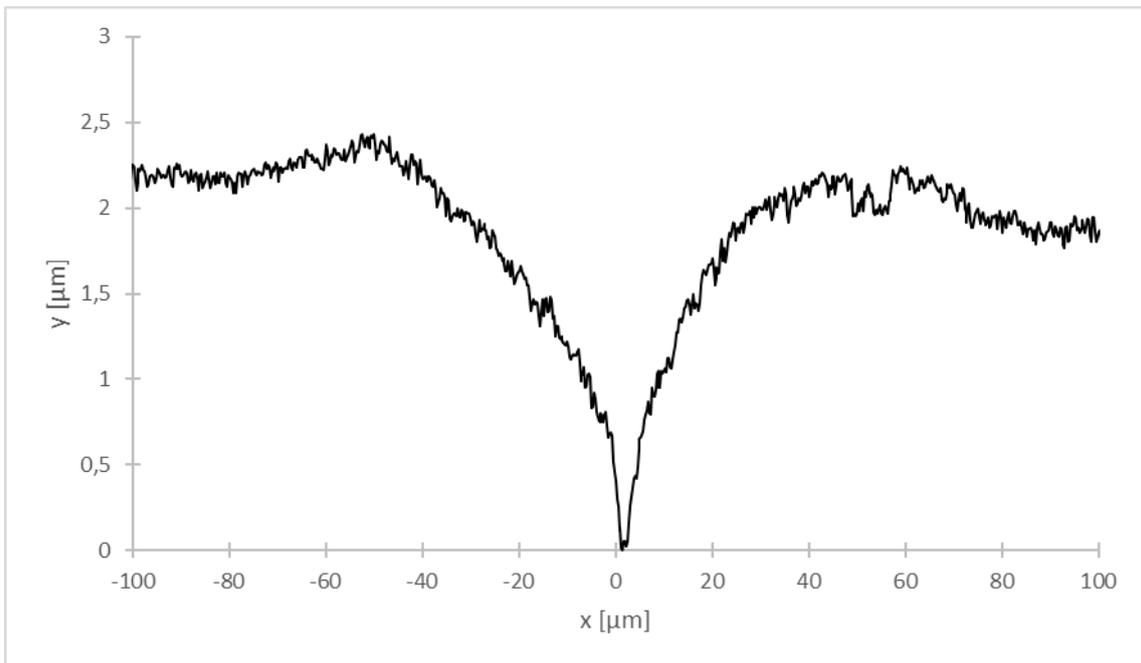


Figura B.12. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 38^\circ \pm 1^\circ$.

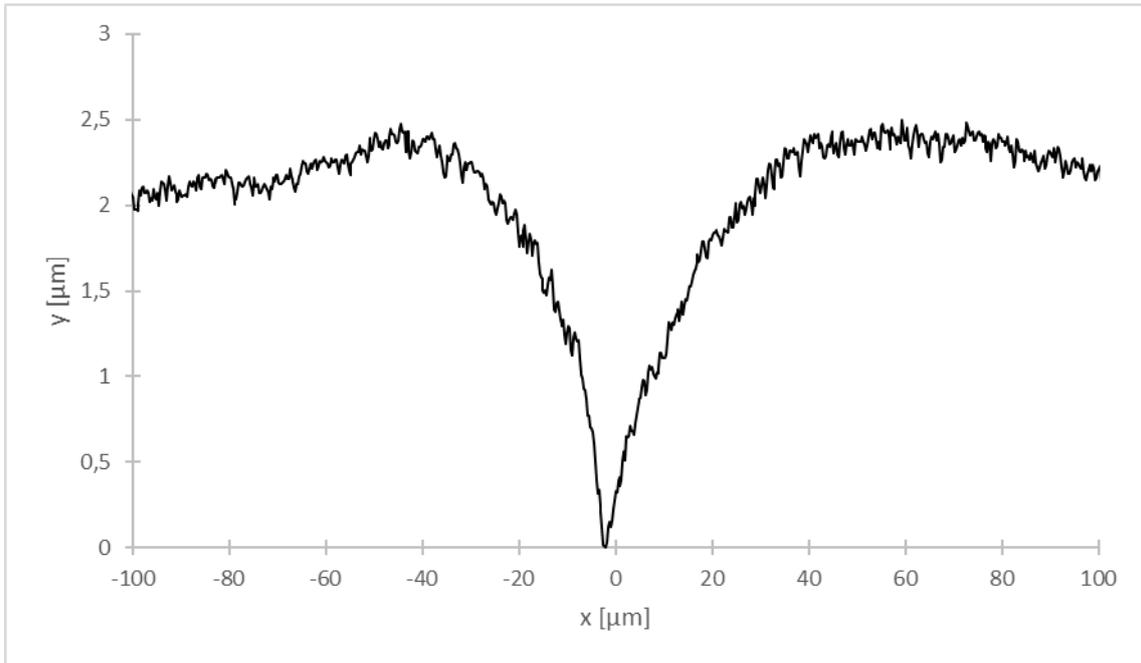


Figura B.13. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 53^\circ \pm 1^\circ$.

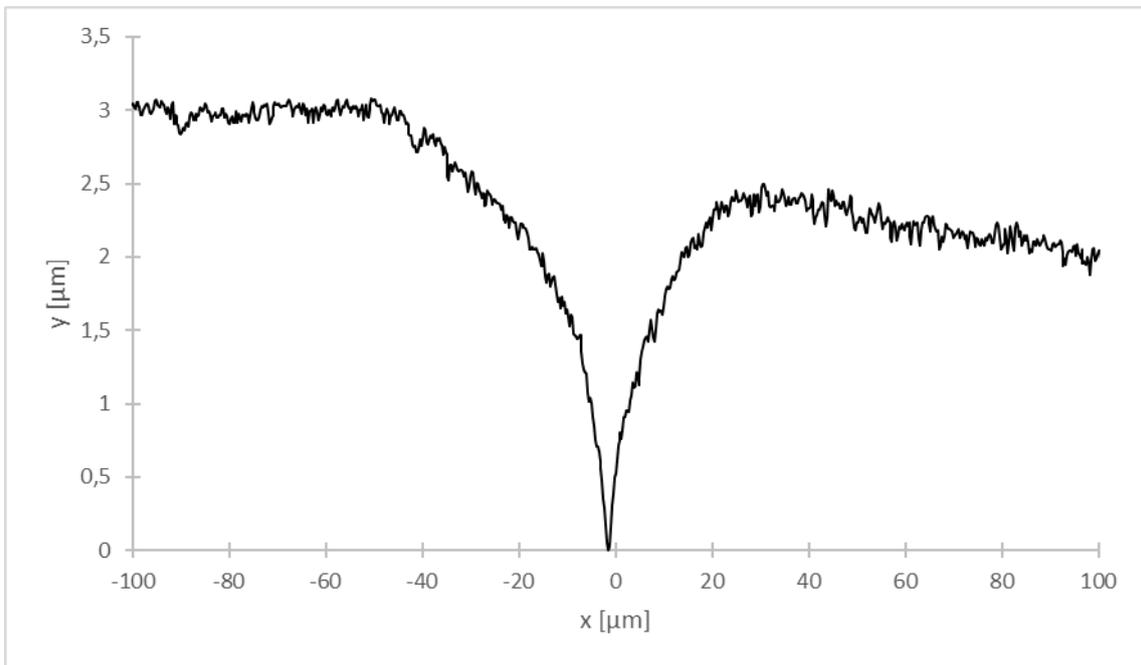


Figura B.14. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 34^\circ \pm 1^\circ$.

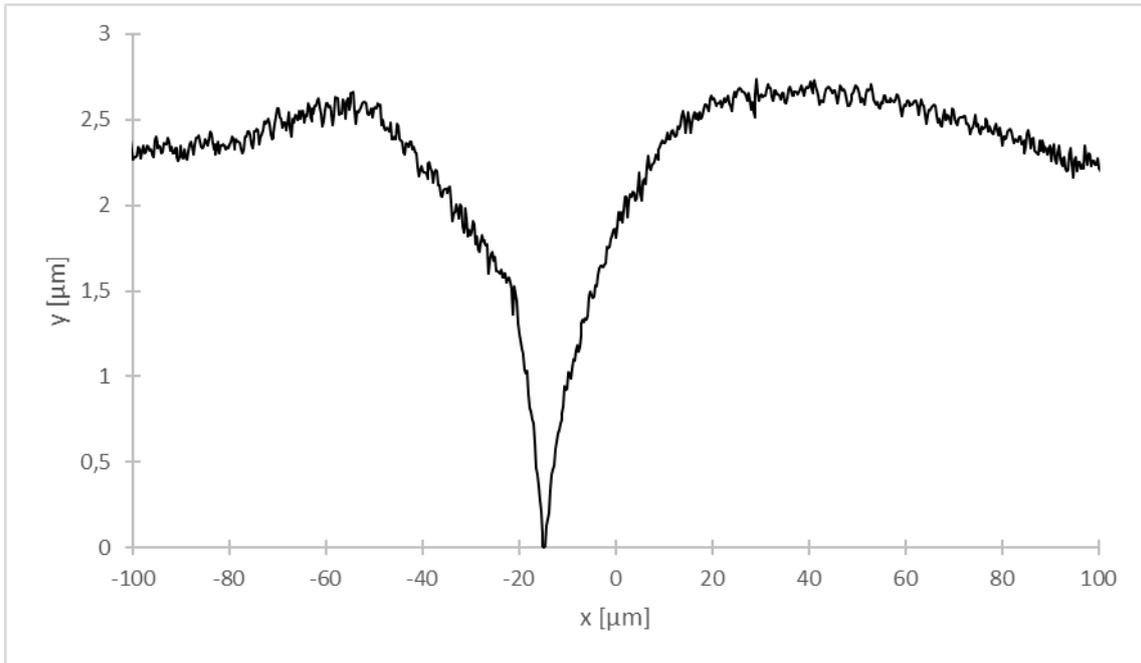


Figura B.15. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 26^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -17 \text{ } \mu\text{m}$.

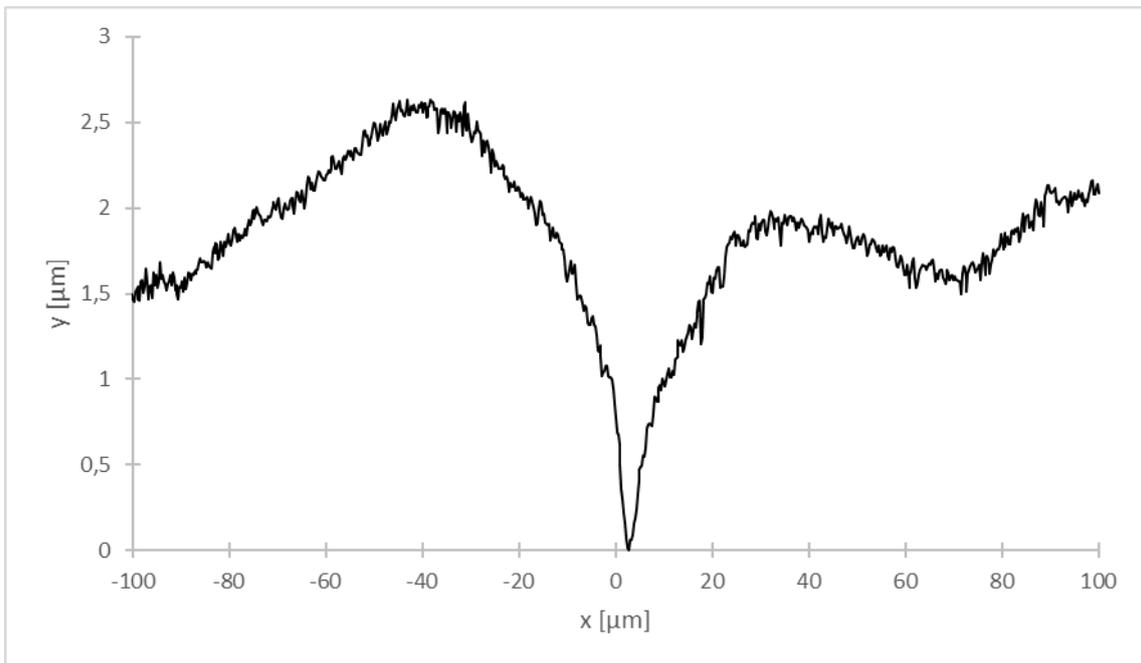


Figura B.16. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 18^\circ \pm 1^\circ$.

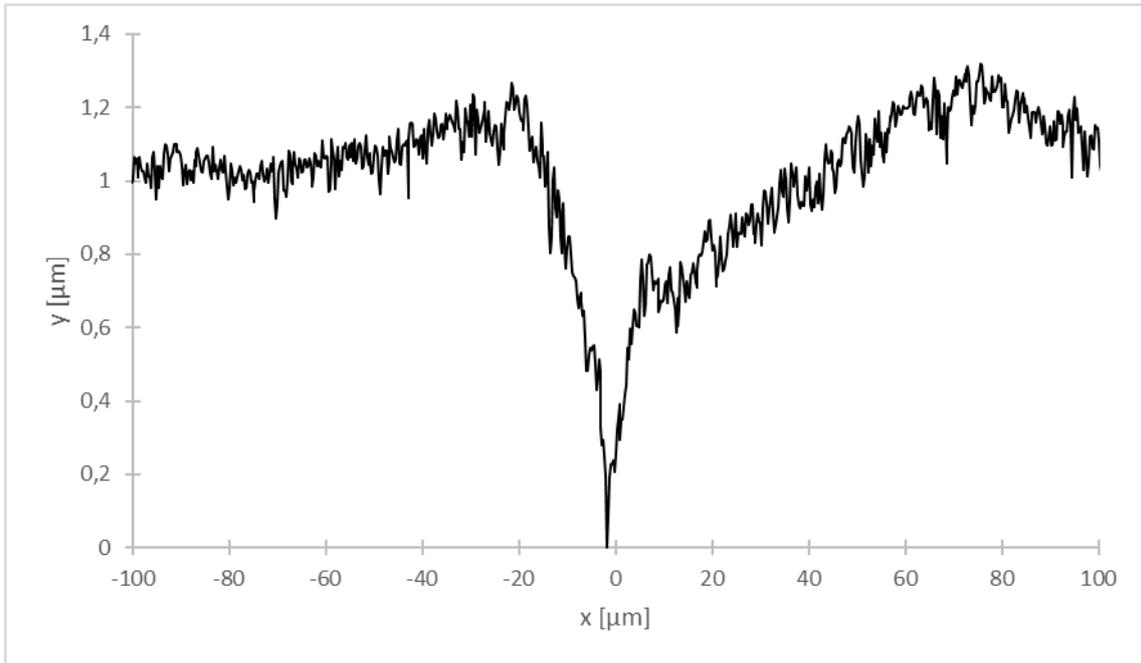


Figura B.17. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 12^\circ \pm 1^\circ$.

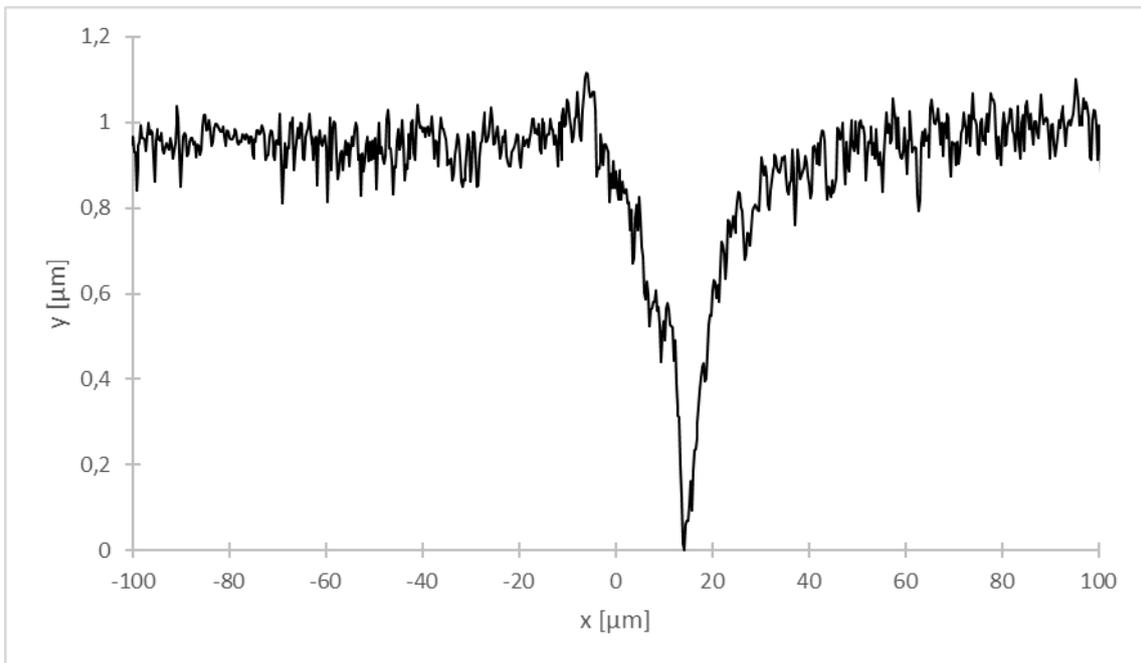


Figura B.18. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (26^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 27^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 17 \text{ } \mu\text{m}$.

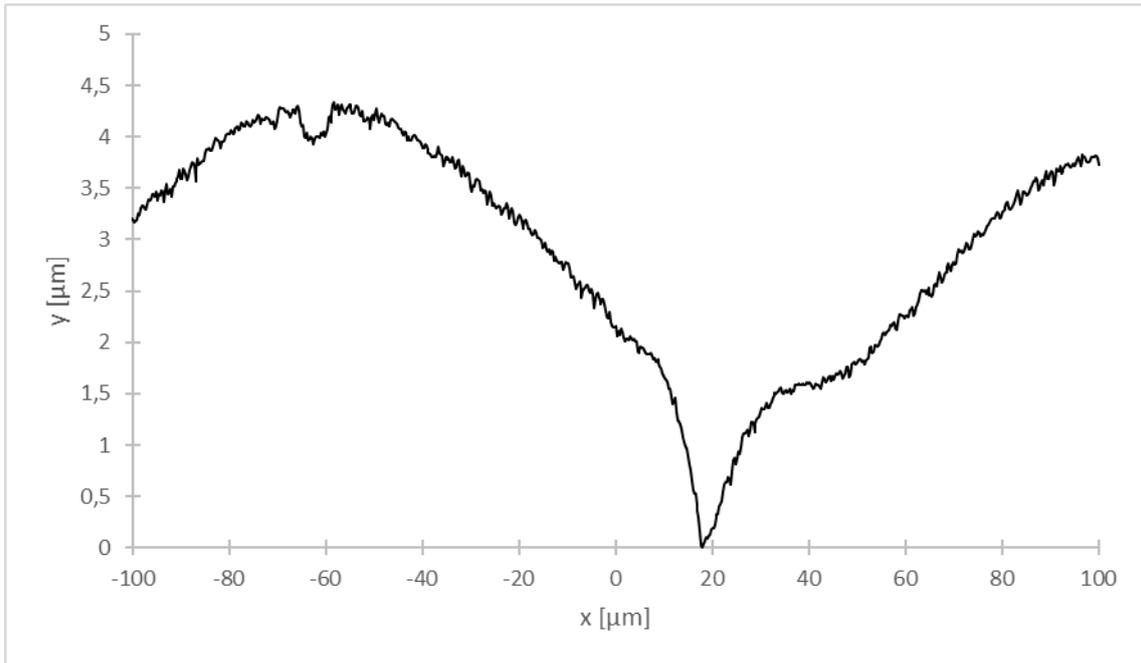


Figura B.19. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 24^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 20 \text{ } \mu\text{m}$.

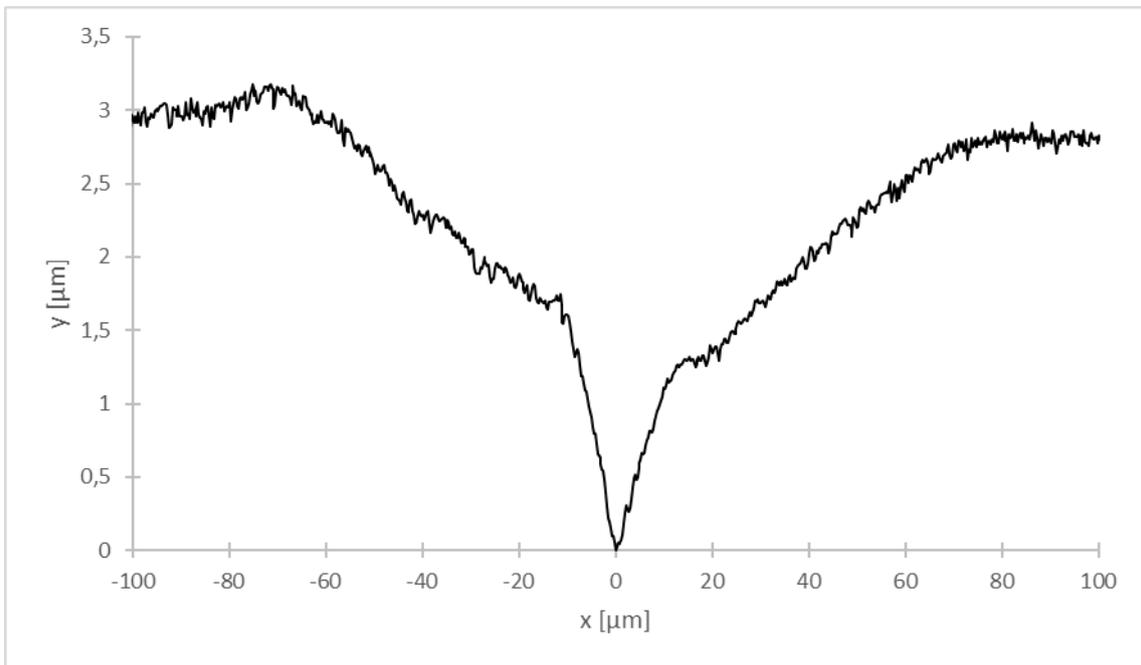


Figura B.20. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 22^\circ \pm 1^\circ$.

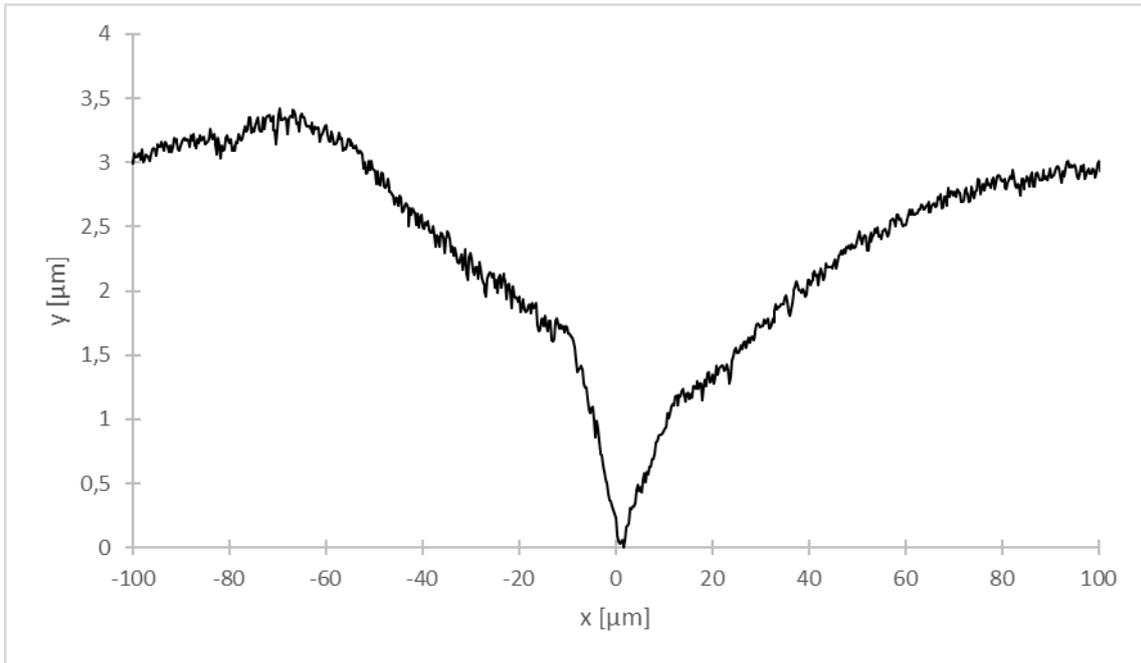


Figura B.21. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 24^\circ \pm 1^\circ$.

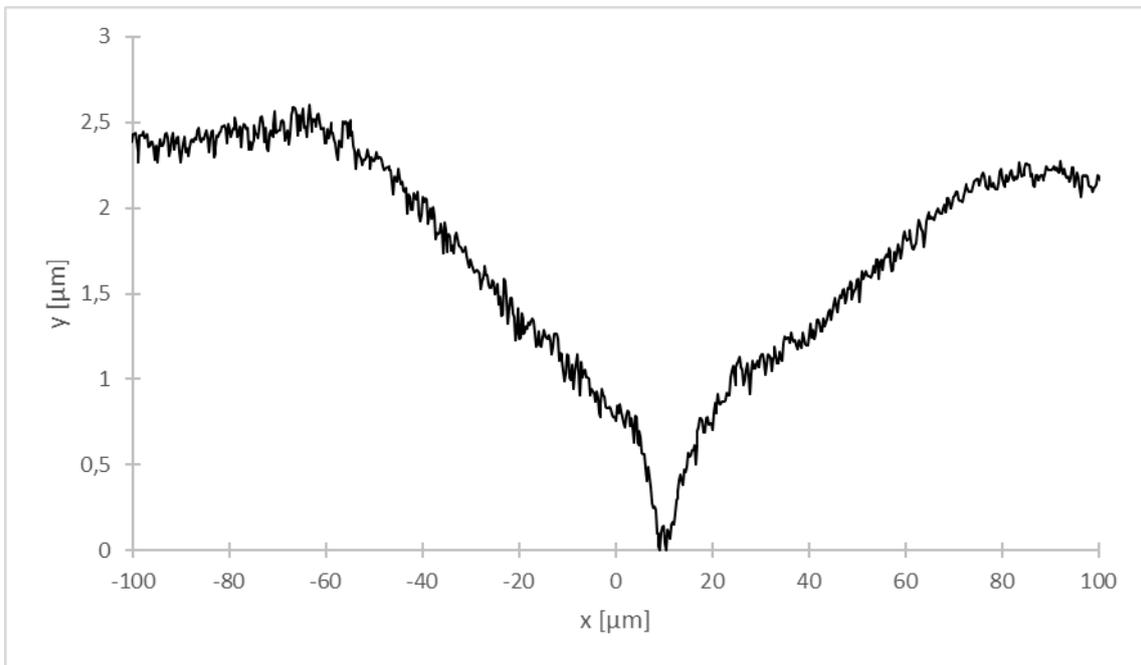


Figura B.22. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 27^\circ \pm 1^\circ$.

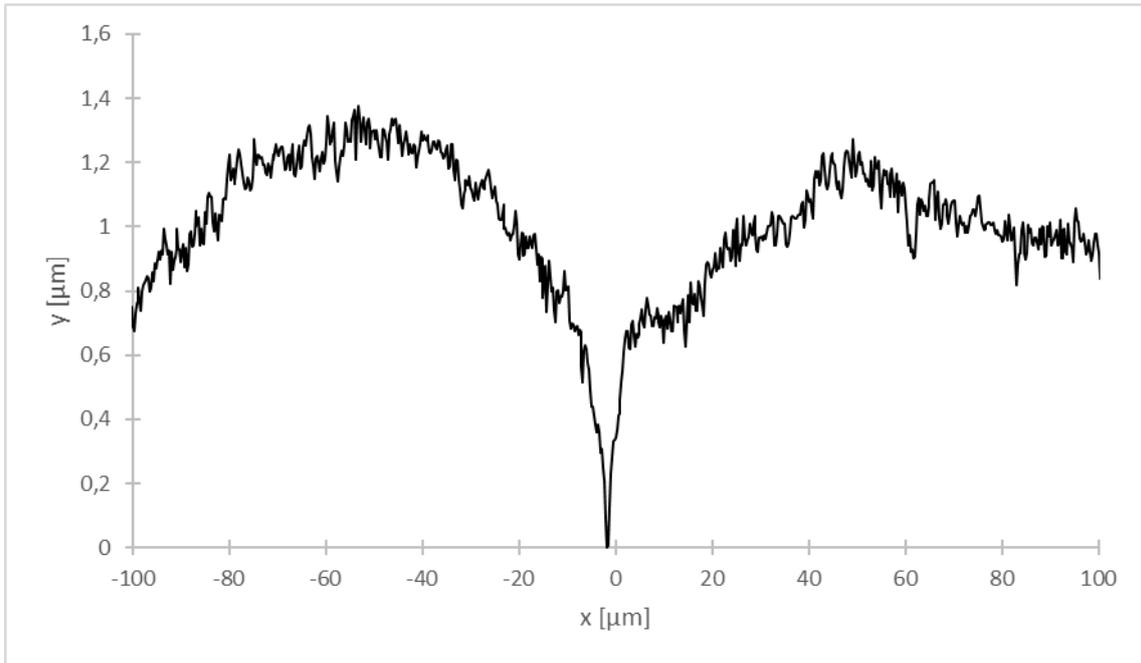


Figura B.23. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 18^\circ \pm 1^\circ$.

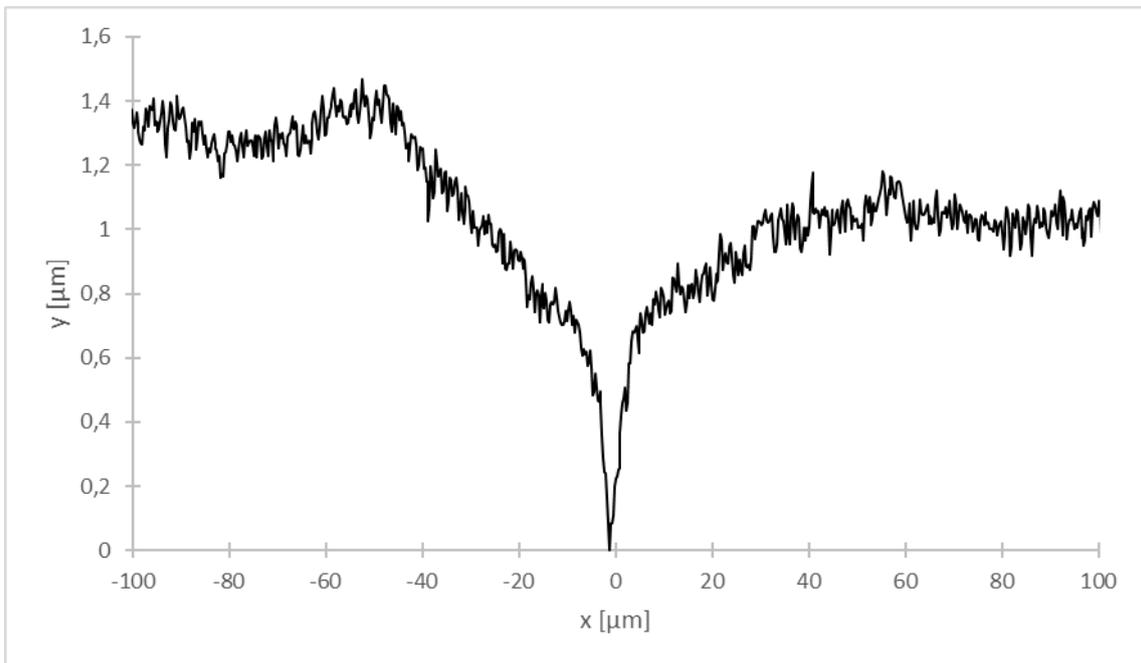


Figura B.24. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 25^\circ \pm 1^\circ$.

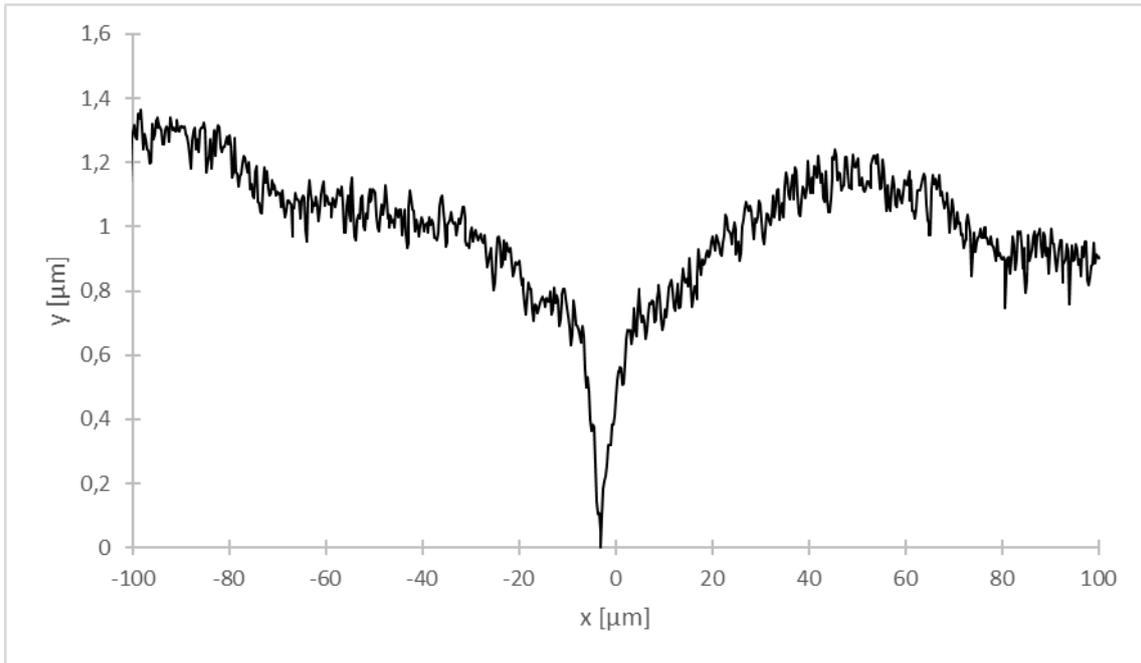


Figura B.25. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 28^\circ \pm 1^\circ$.

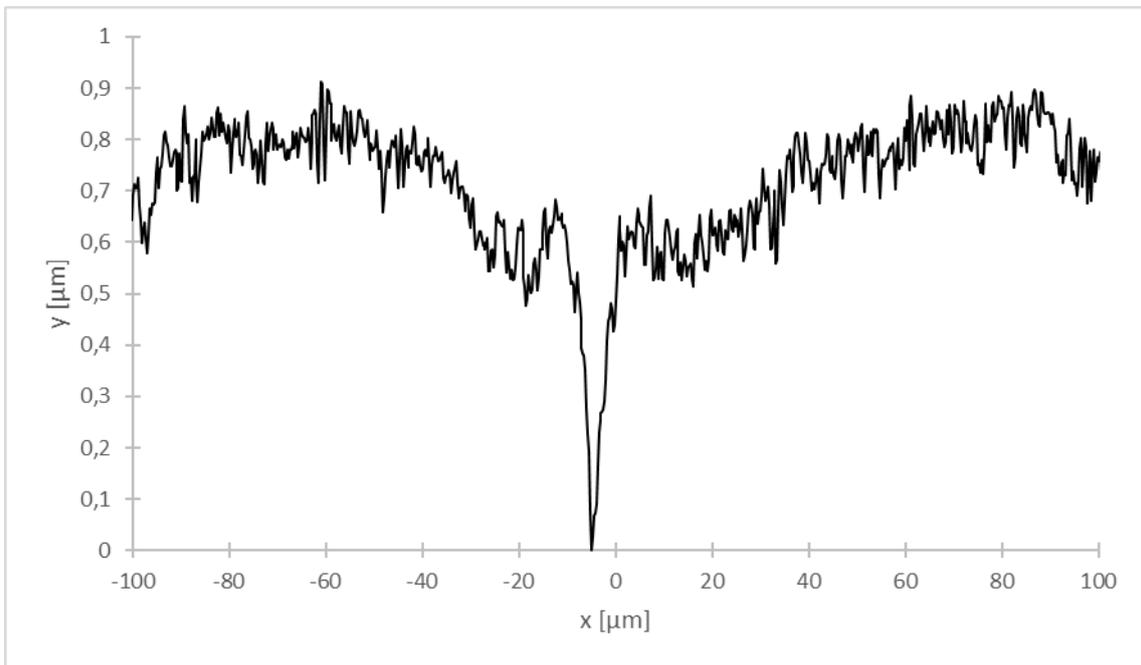


Figura B.26. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 23^\circ \pm 1^\circ$.

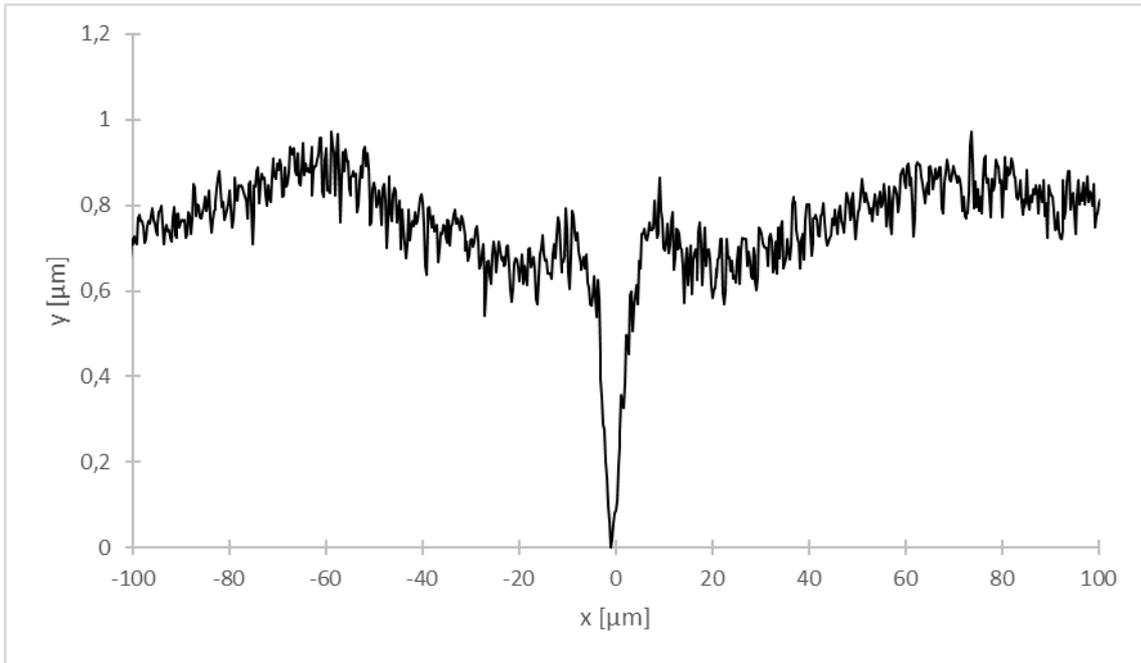


Figura B.27. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 30^\circ \pm 1^\circ$.

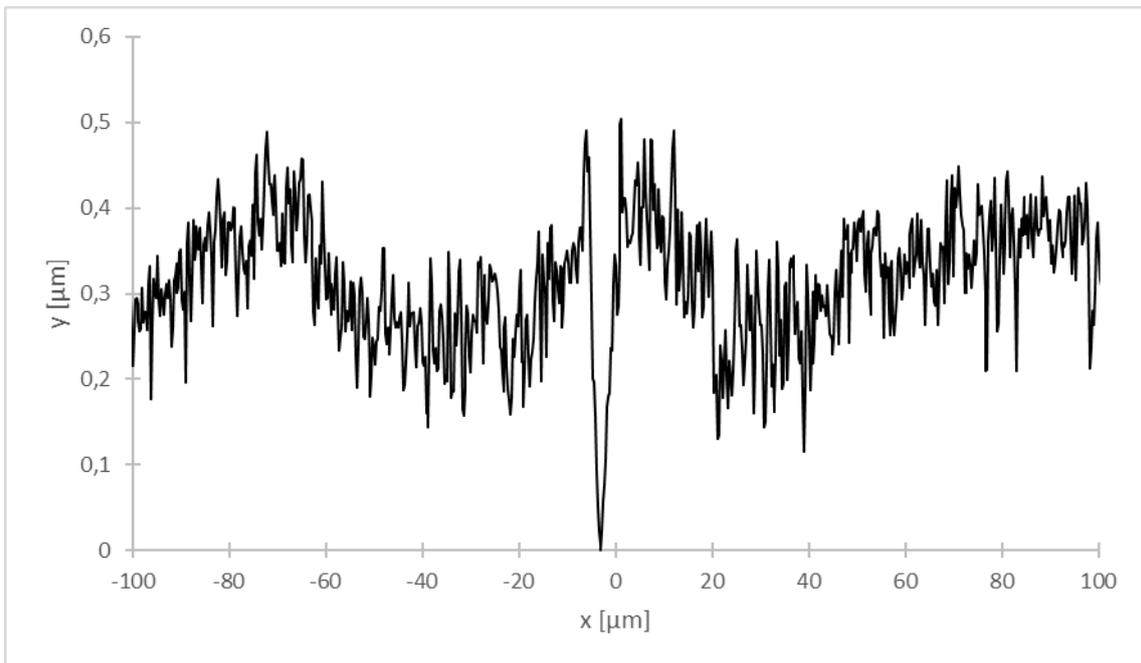


Figura B.28. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 19^\circ \pm 1^\circ$.

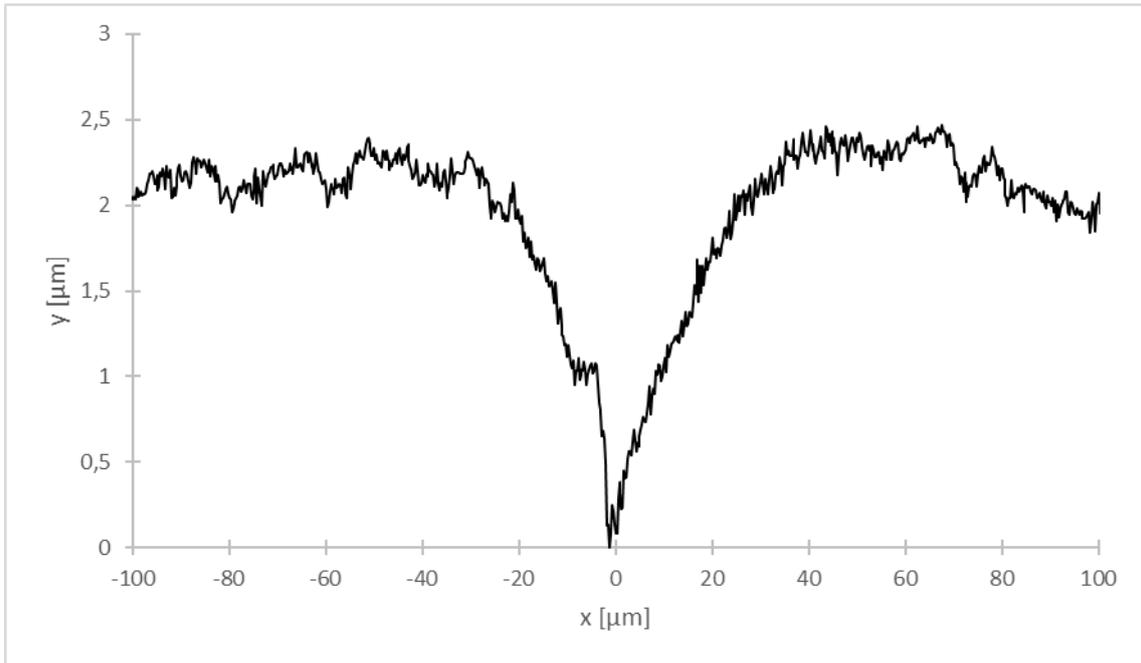


Figura B.29. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (60^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = -10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

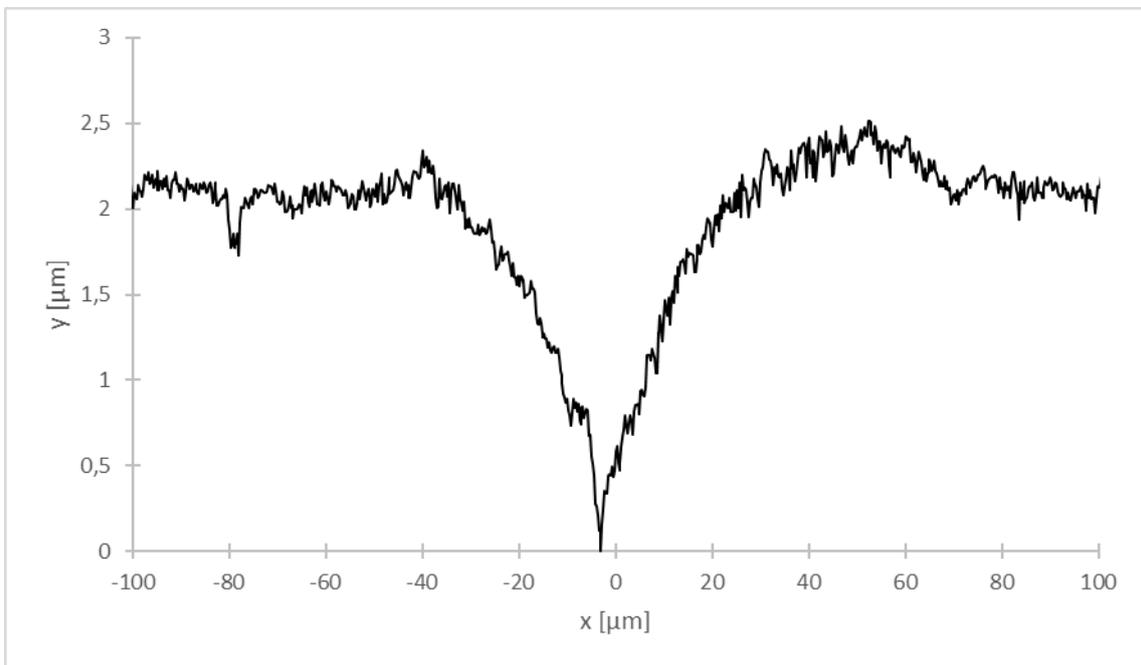


Figura B.30. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (60^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 4^\circ \pm 1^\circ$.

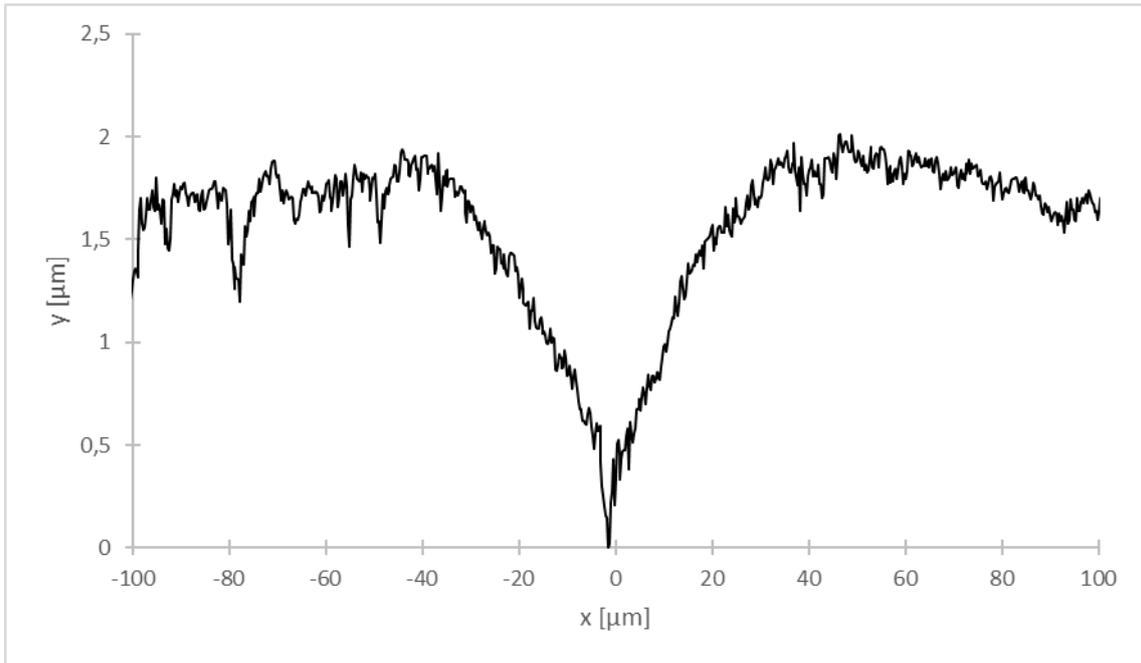


Figura B.31. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (60^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 5^\circ \pm 1^\circ$.

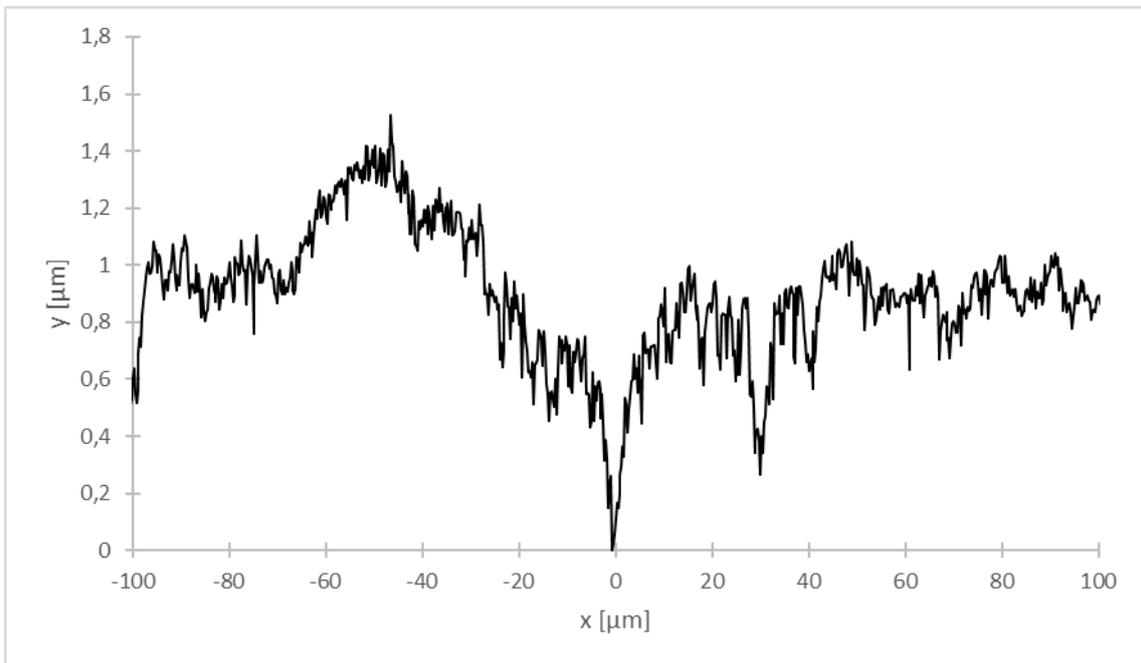


Figura B.32. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (60^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 12^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

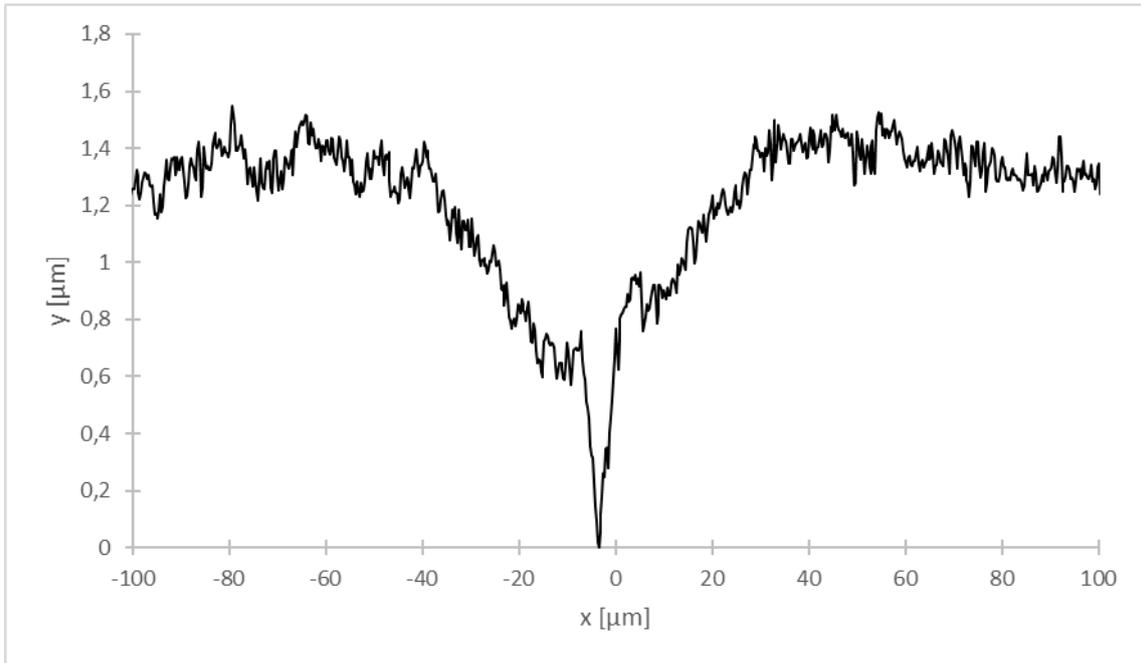


Figura B.33. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (60^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 13^\circ \pm 1^\circ$.

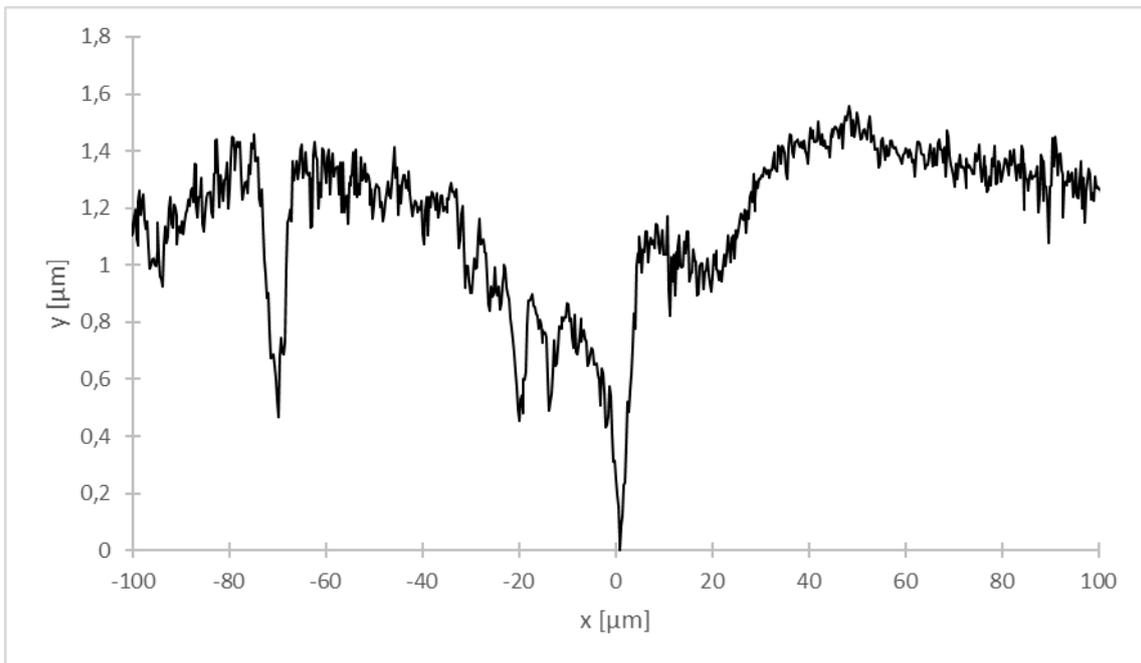


Figura B.34. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (60^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 19^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

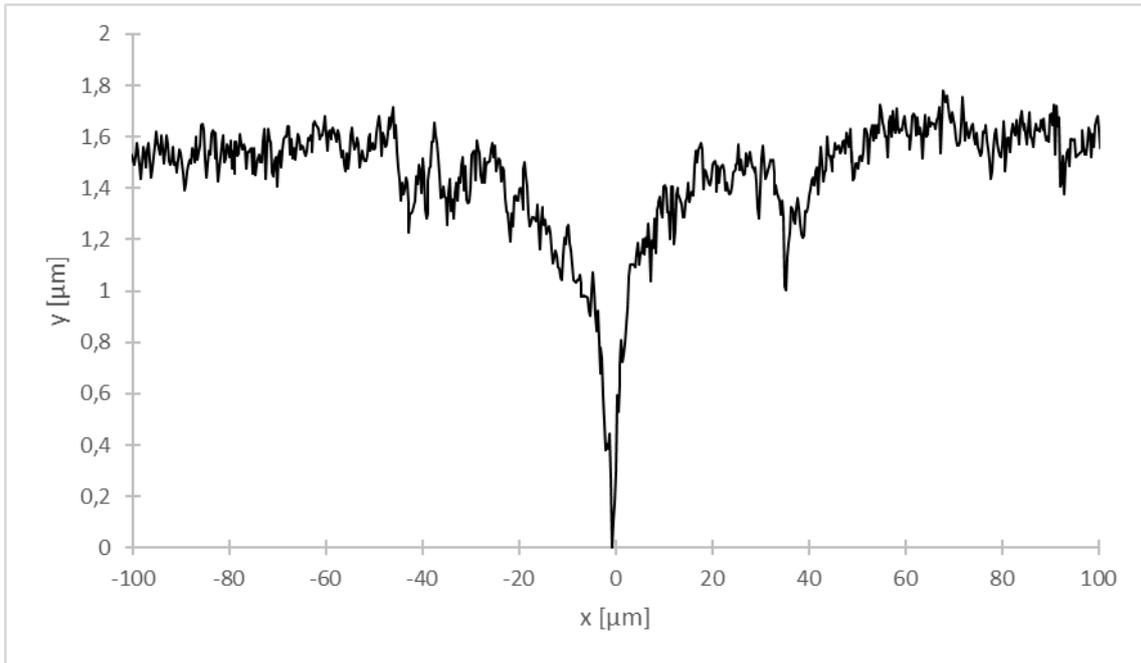


Figura B.35. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (60^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 21^\circ \pm 1^\circ$.

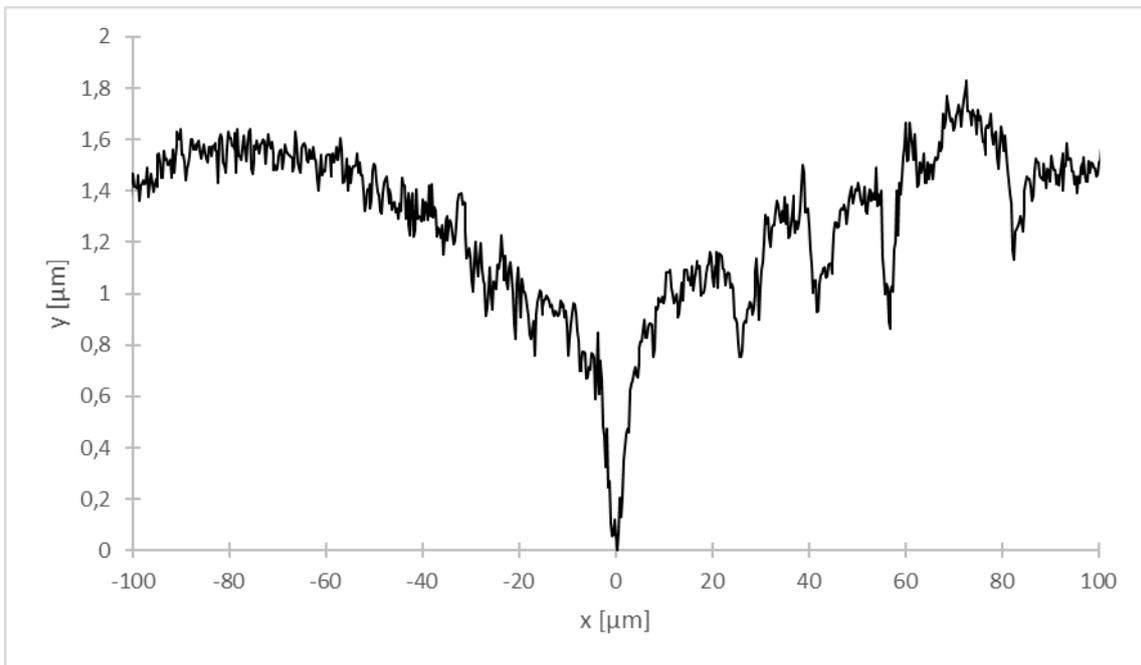


Figura B.36. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (60^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$; $\alpha = 24^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \mu\text{m}$.

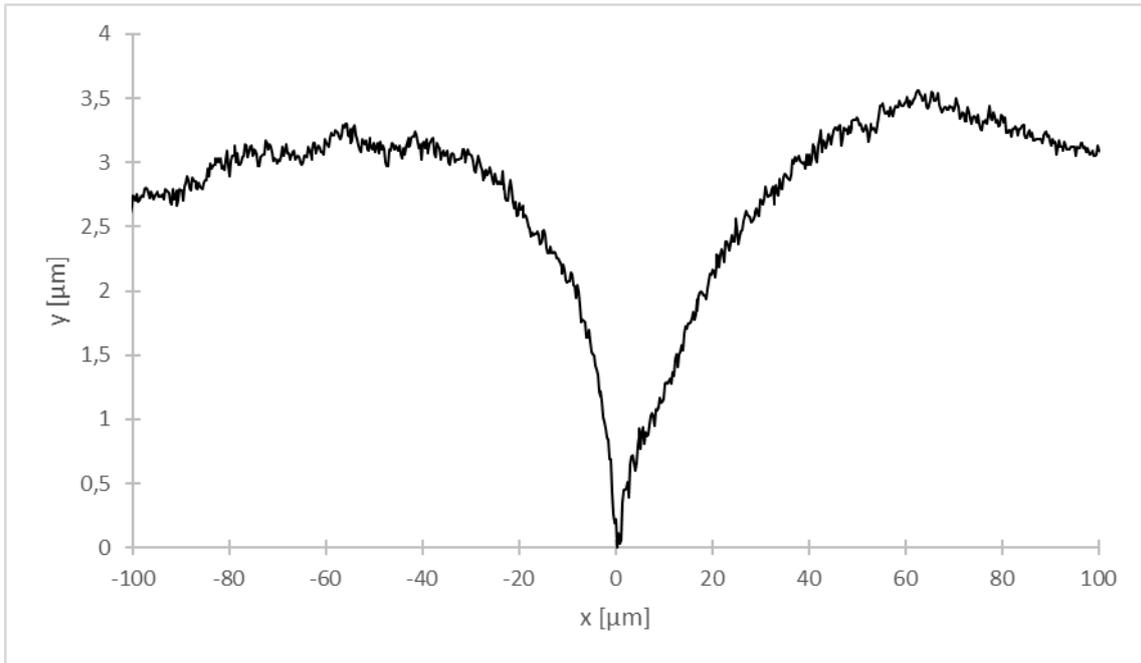


Figura B.37. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 18^\circ \pm 1^\circ$.

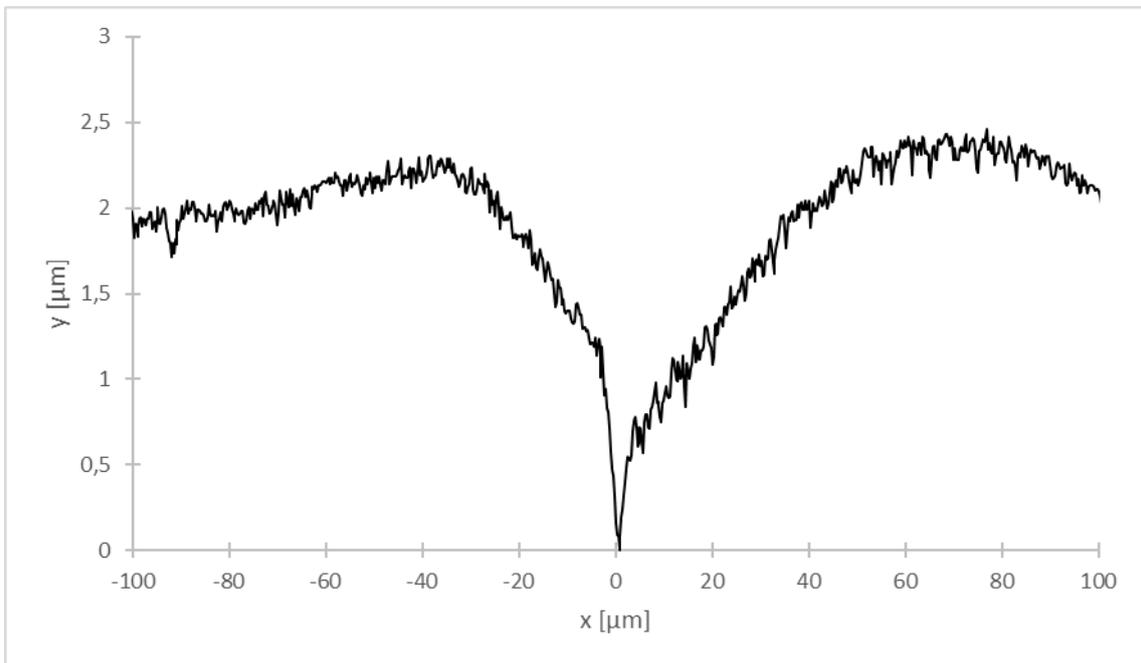


Figura B.38. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 28^\circ \pm 1^\circ$.

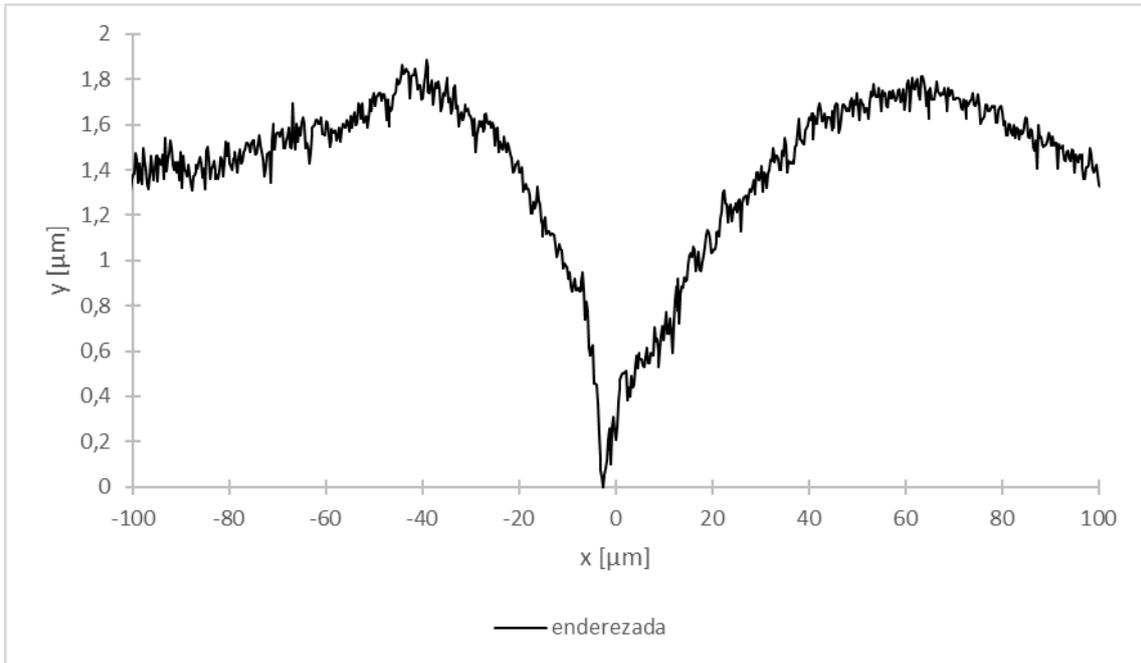


Figura B.39. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 23^\circ \pm 1^\circ$.

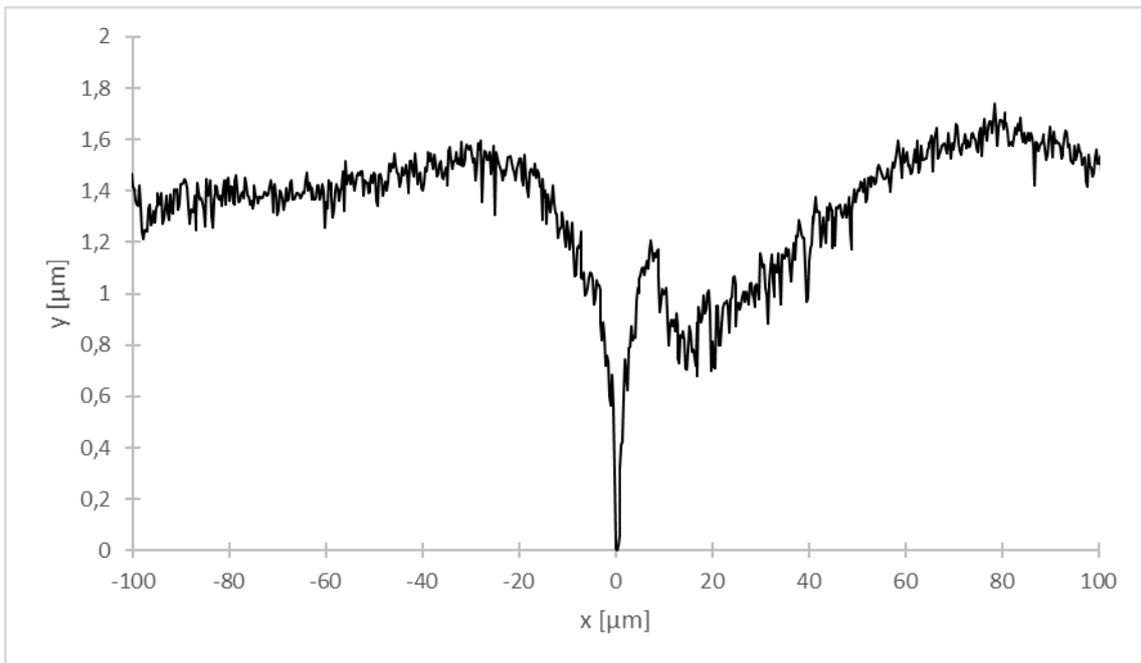


Figura B.40. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 4^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 20 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

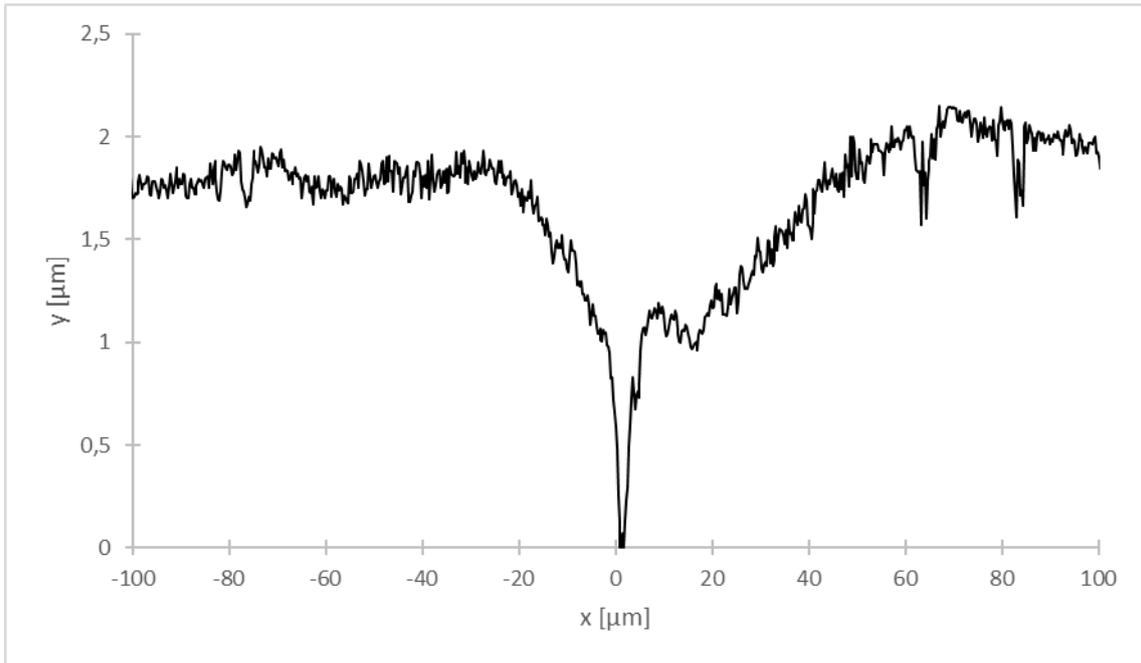


Figura B.41. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 14^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

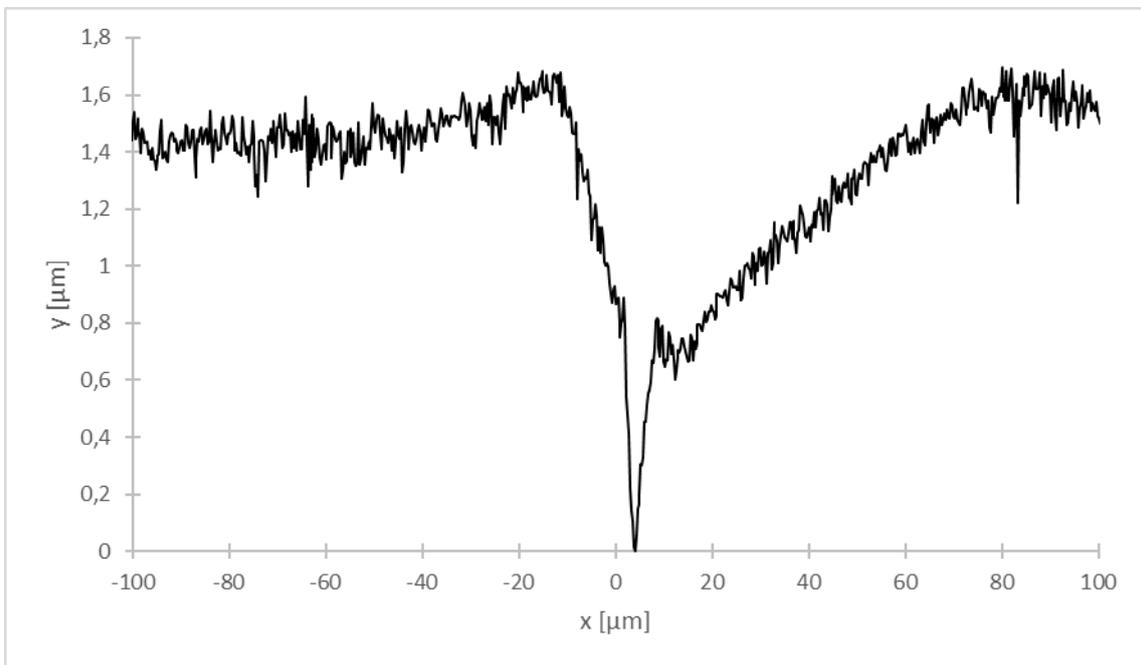


Figura B.42. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 12^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 17 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 5 \text{ } \mu\text{m}$.

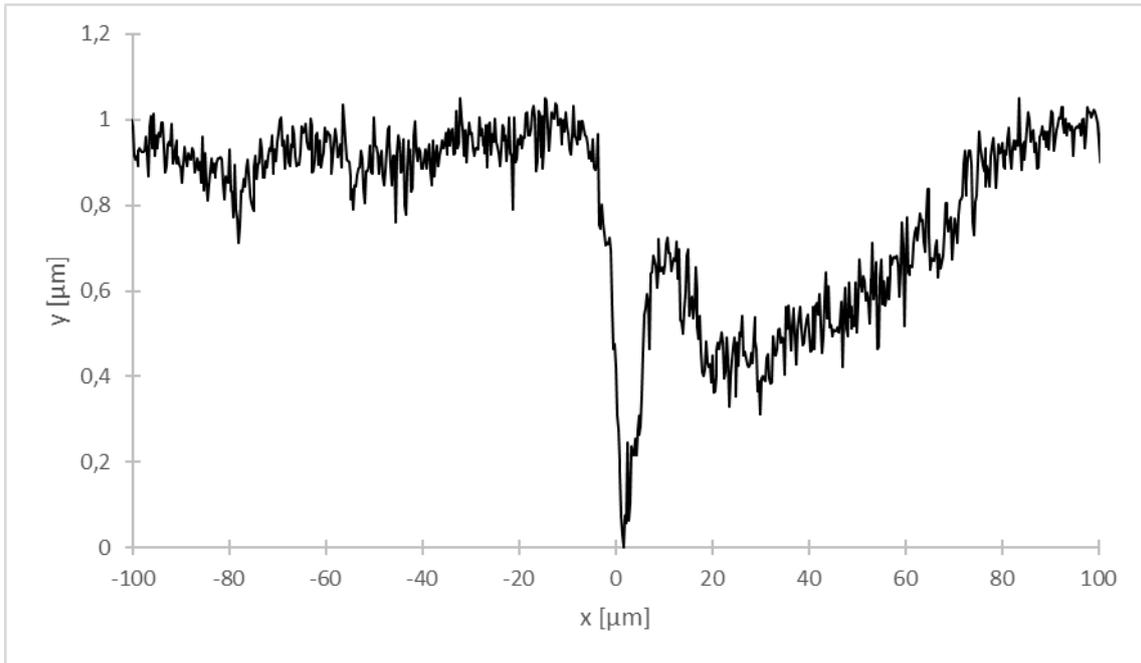


Figura B.43. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 1^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 25 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = 0 \text{ } \mu\text{m}$.

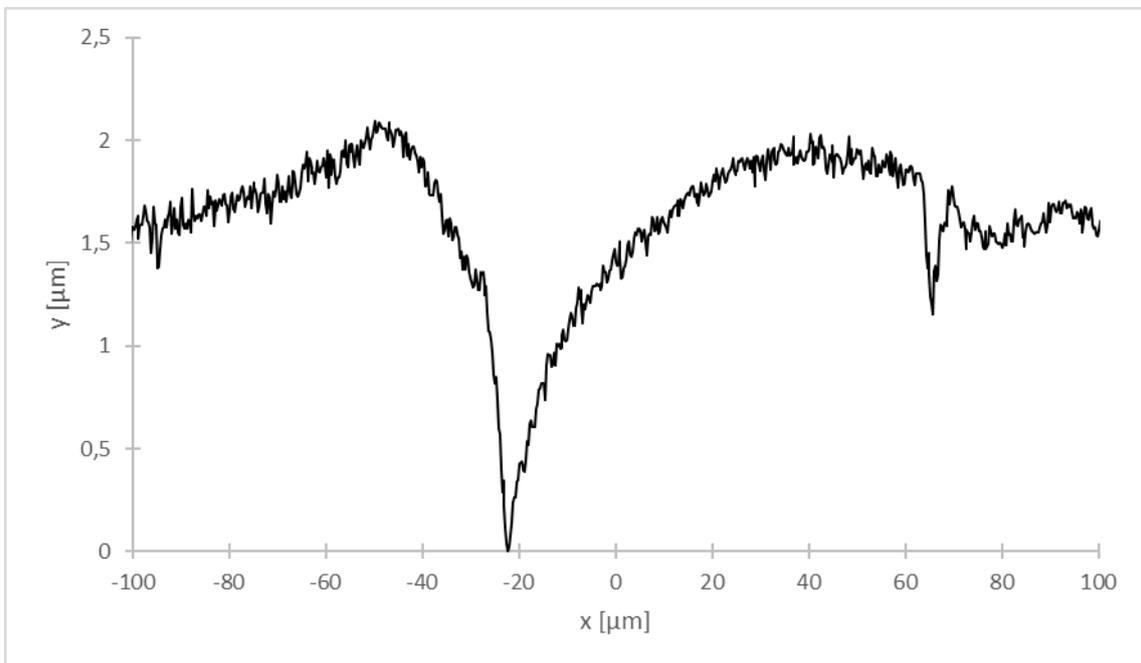


Figura B.44. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 22^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$.

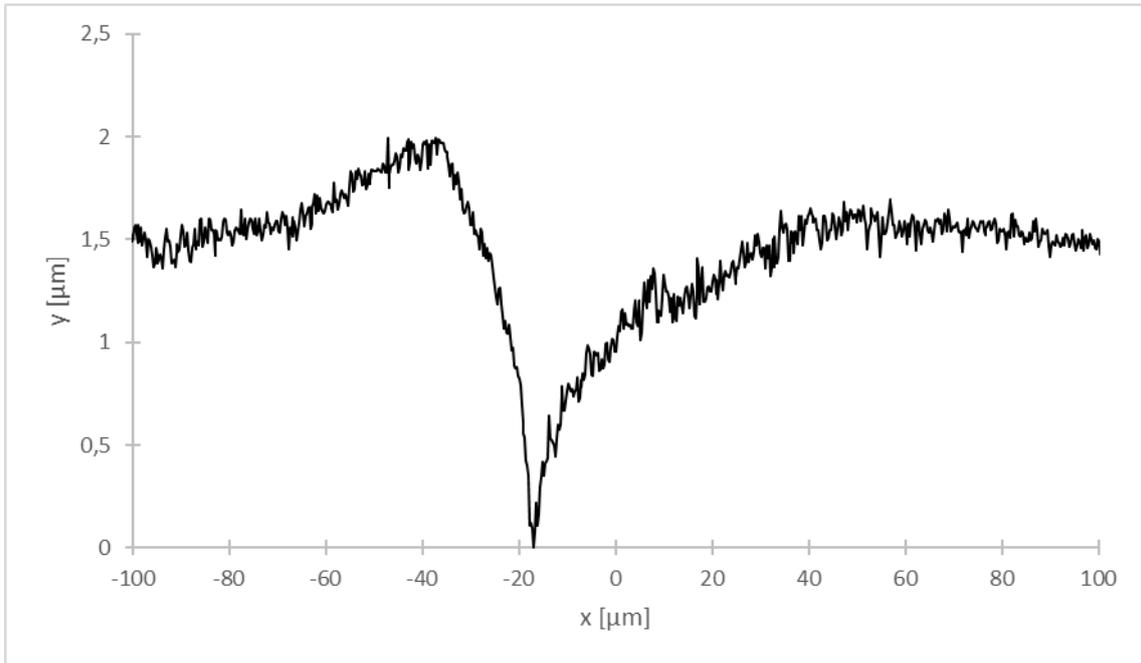


Figura B.45. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 24^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$.

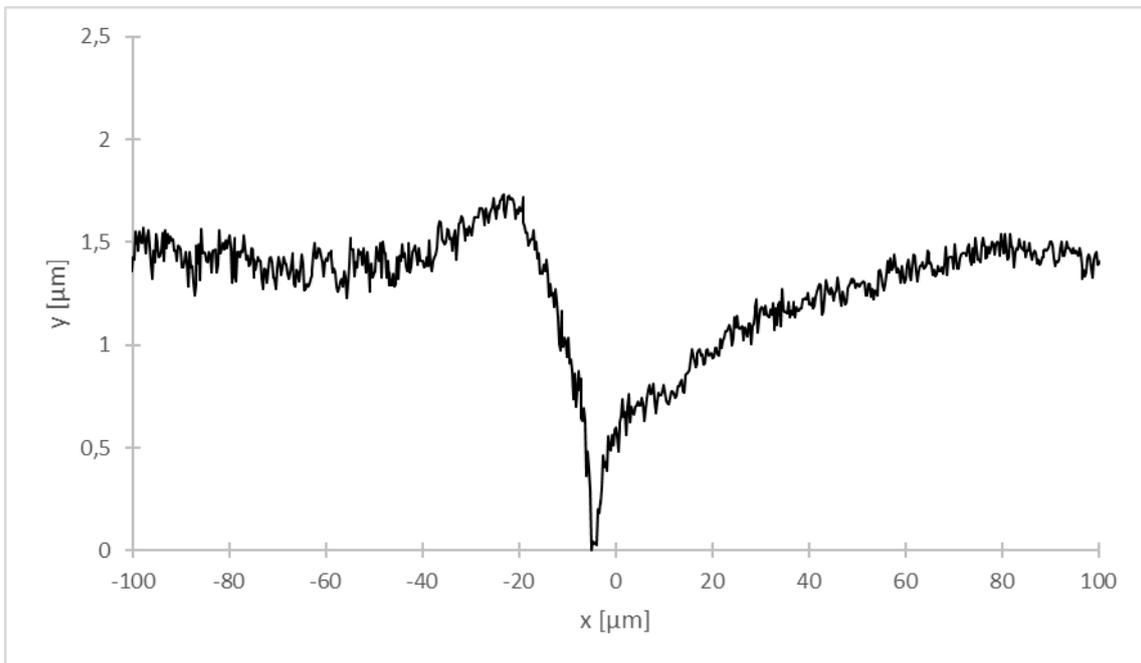


Figura B.46. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 24^\circ \pm 1^\circ$.

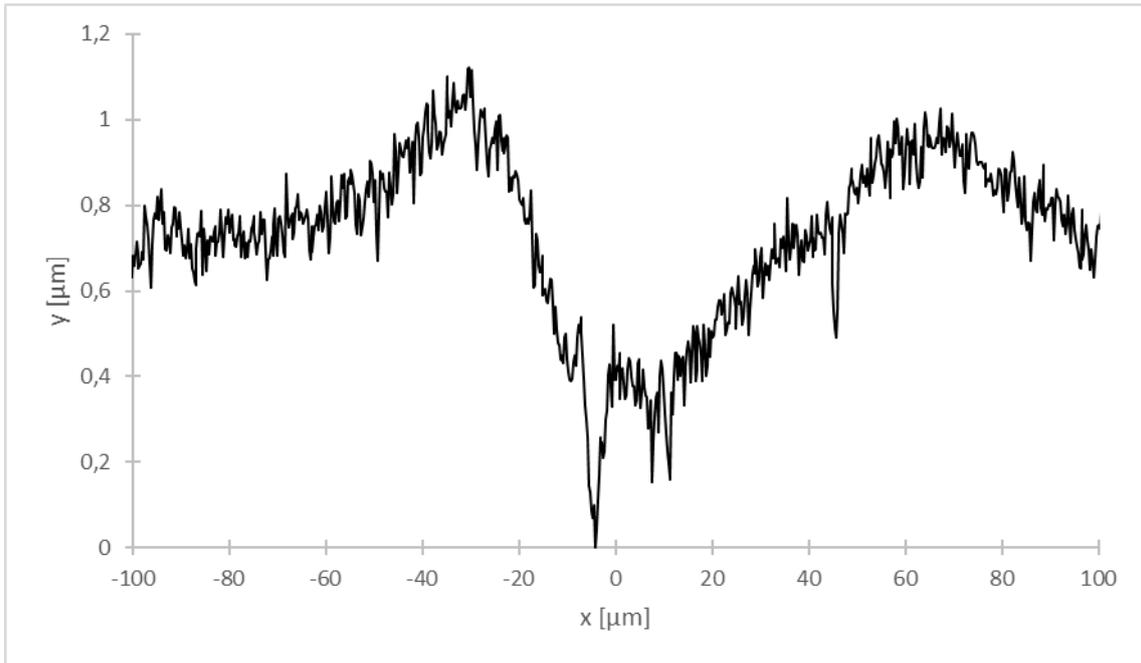


Figura B.47. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 7^\circ \pm 1^\circ$. Se puede apreciar migración del BG desde la posición en torno a $x = 10 \text{ } \mu\text{m}$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -5 \text{ } \mu\text{m}$.

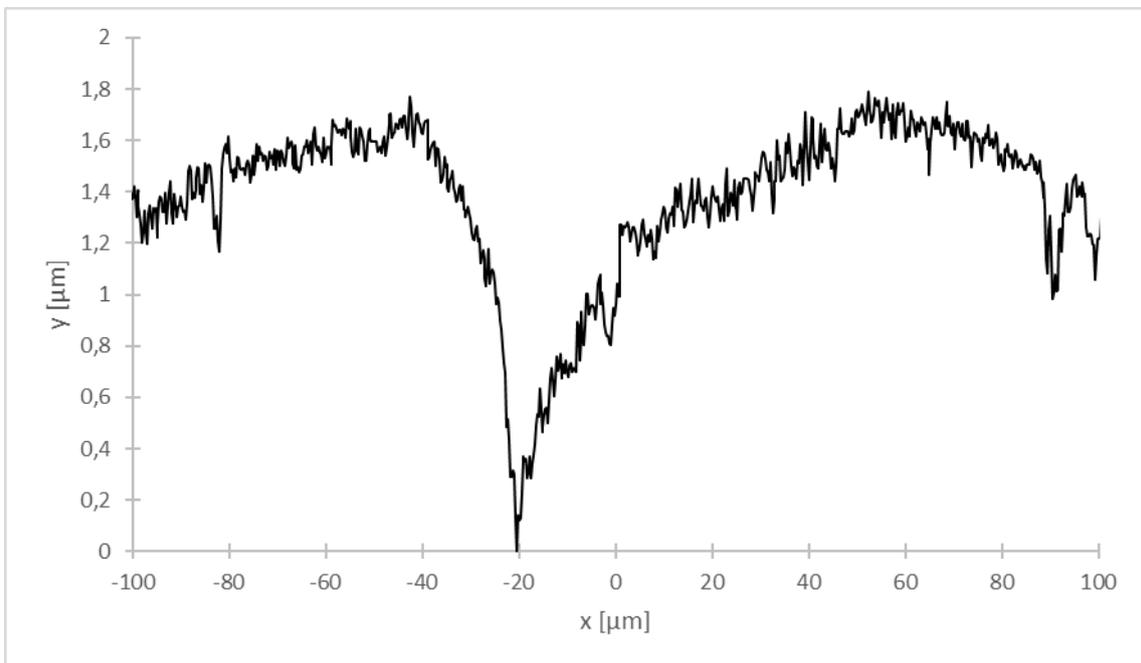


Figura B.48. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 12^\circ \pm 1^\circ$. El vértice del BG se encuentra cercano a $x = -20 \text{ } \mu\text{m}$.

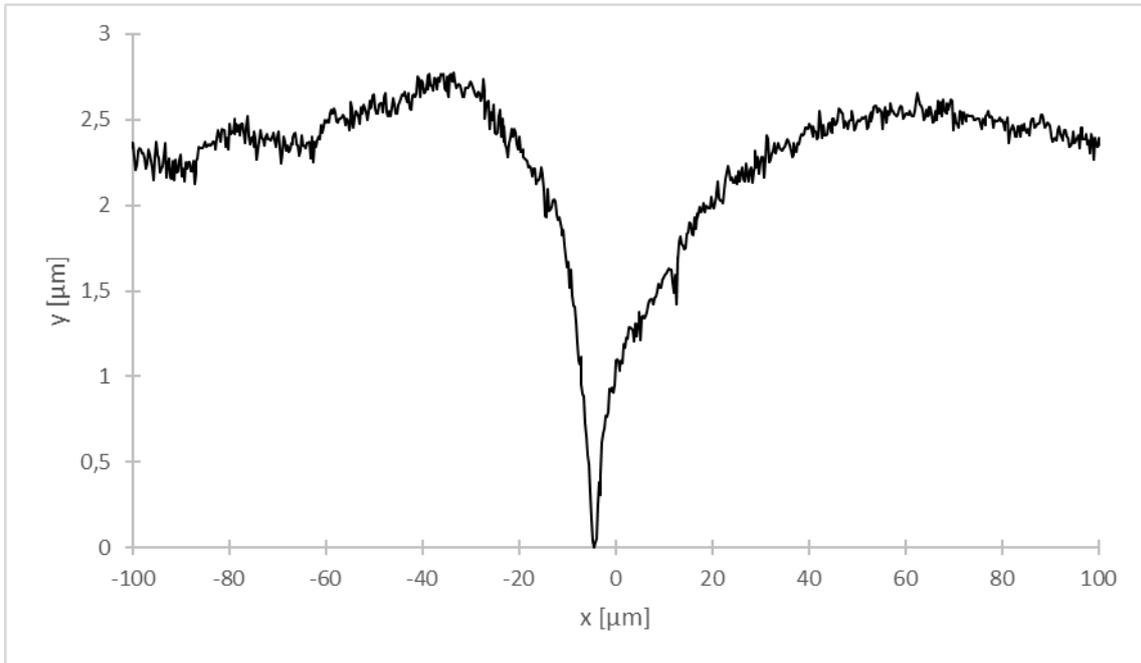


Figura B.49. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 29^\circ \pm 1^\circ$.

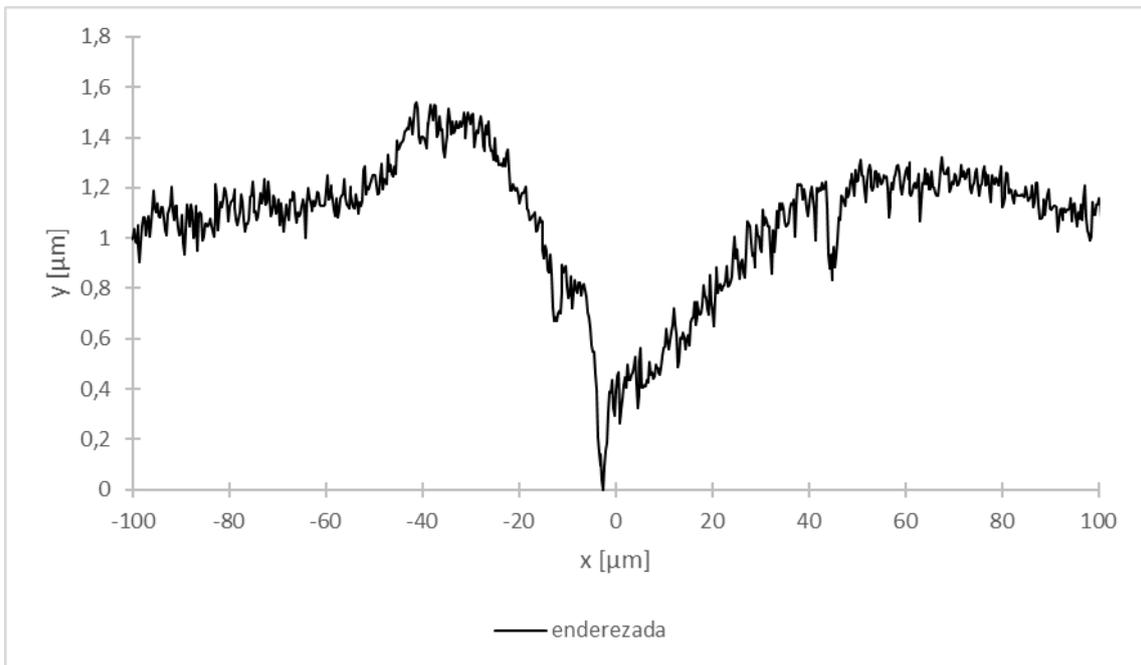


Figura B.50. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0^\circ \text{C} \pm 0,1^\circ \text{C}$; $\alpha = 10^\circ \pm 1^\circ$.

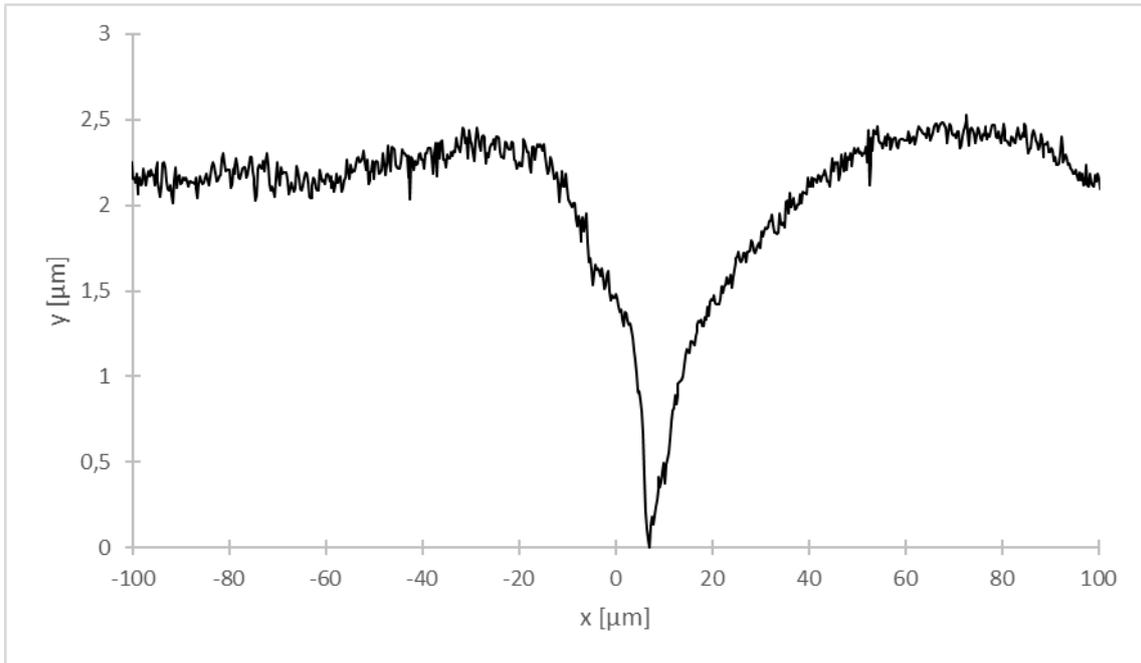


Figura B.51. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 13^\circ \pm 1^\circ$.

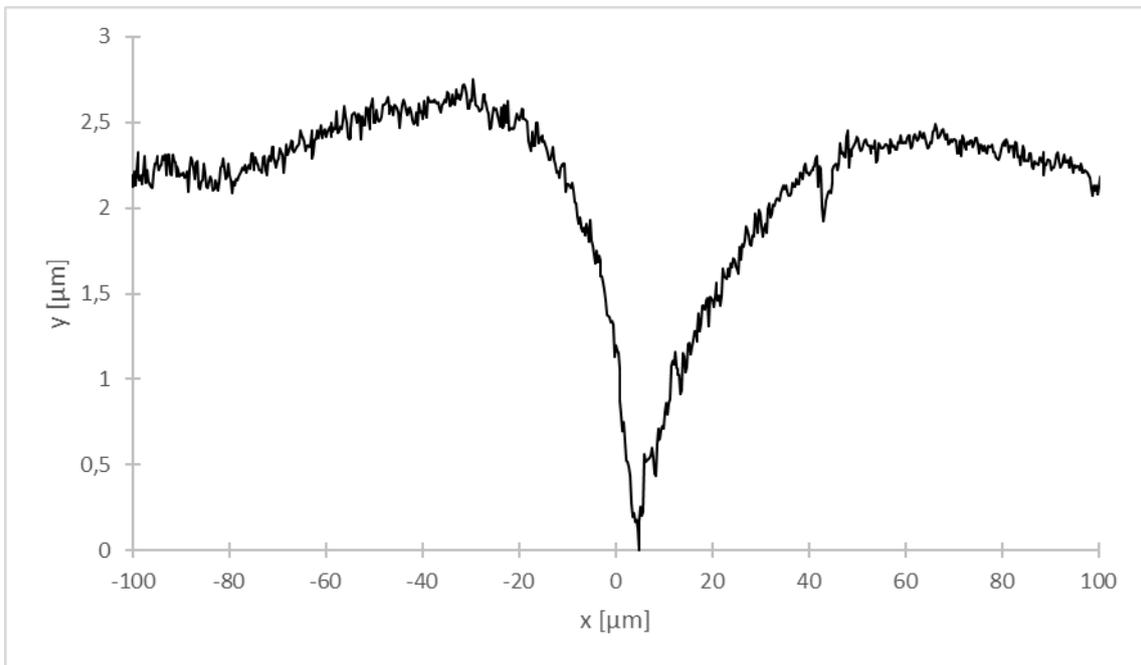


Figura B.52. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (12^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -18,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 26^\circ \pm 1^\circ$.

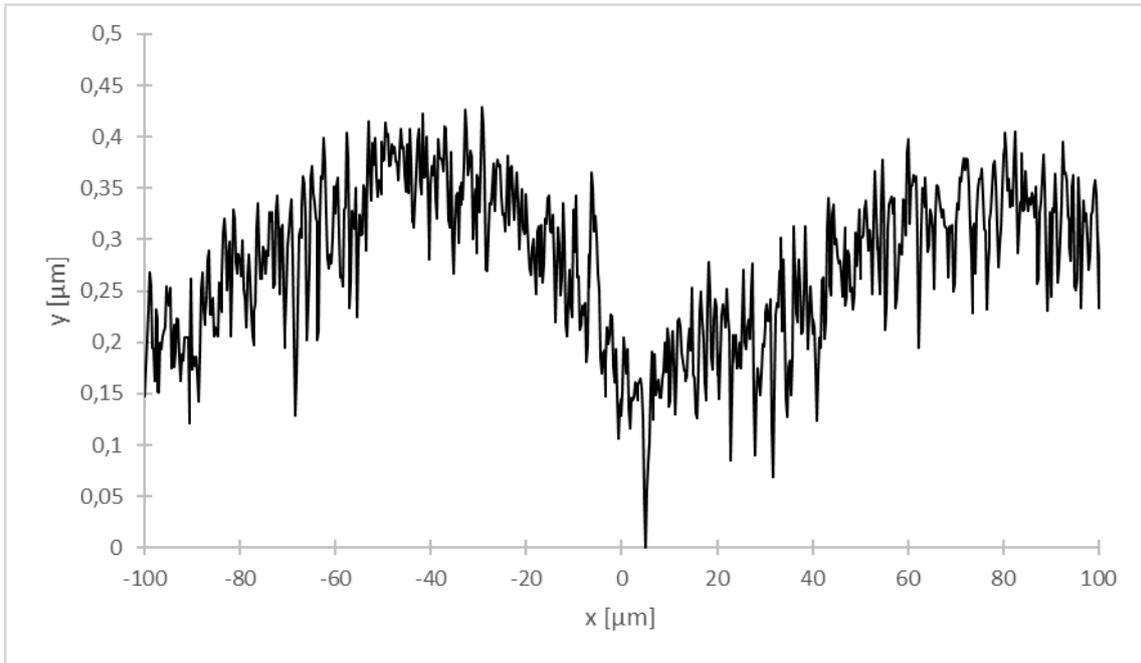


Figura B.53. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 4^\circ \pm 1^\circ$.

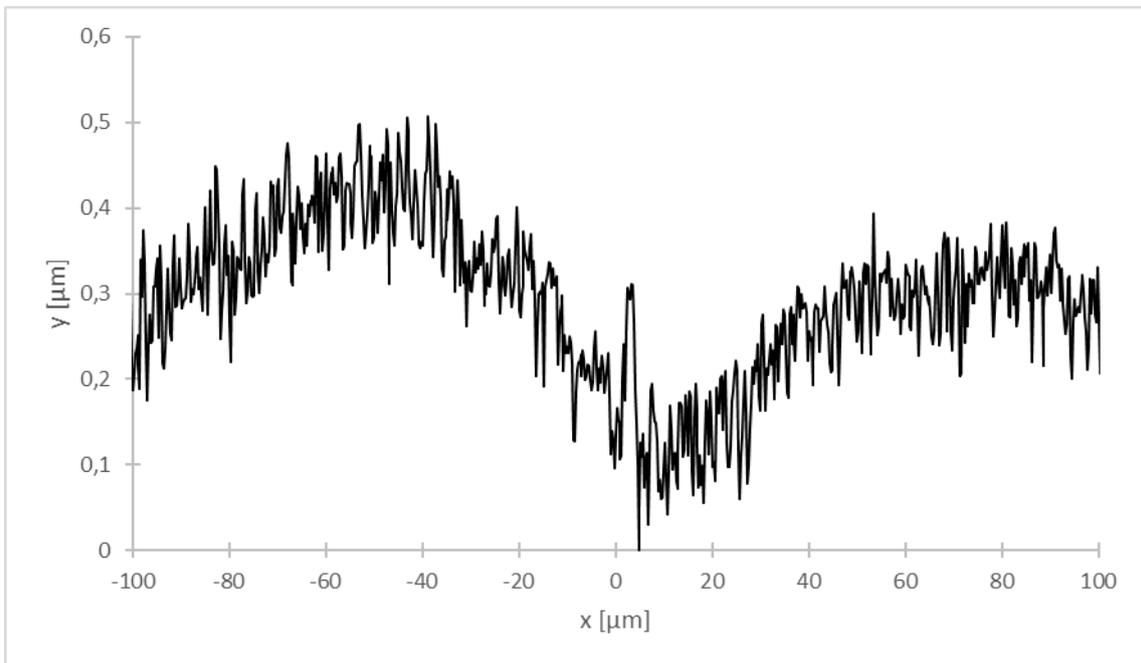


Figura B.54. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 19^\circ \pm 1^\circ$.

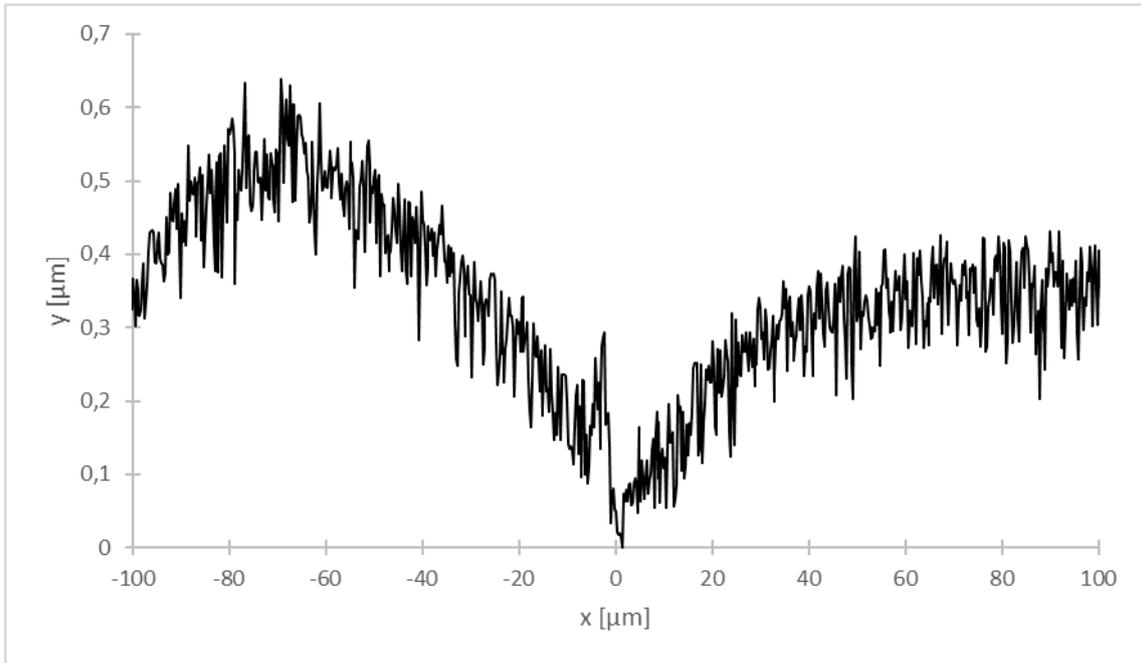


Figura B.55. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 29^\circ \pm 1^\circ$.

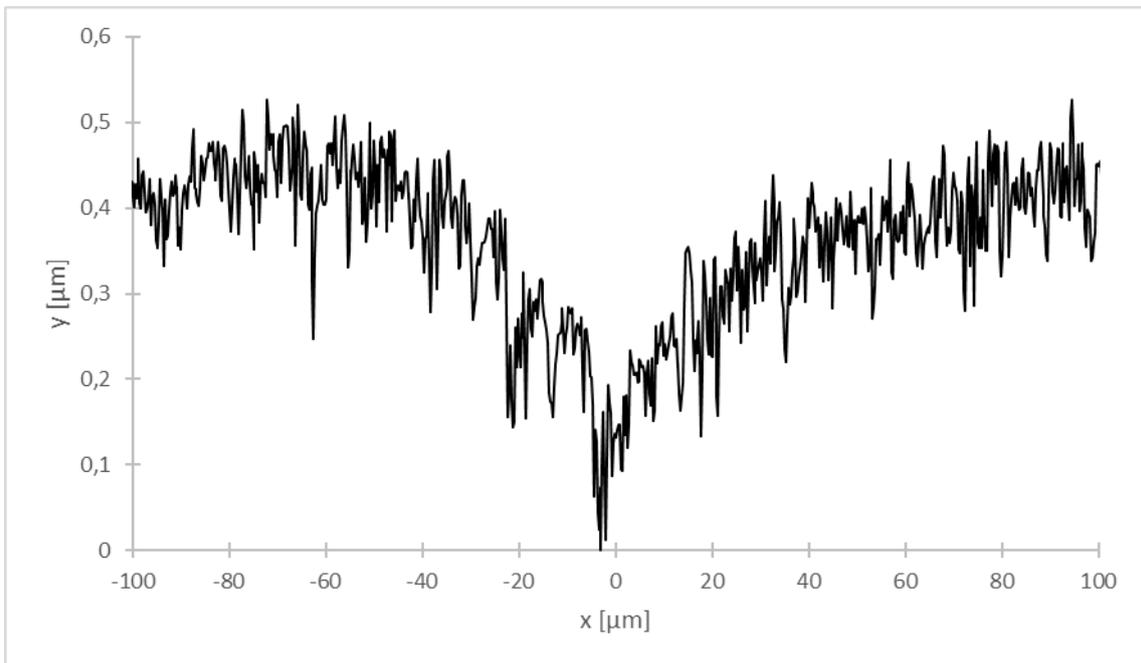


Figura B.56. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 23^\circ \pm 1^\circ$.

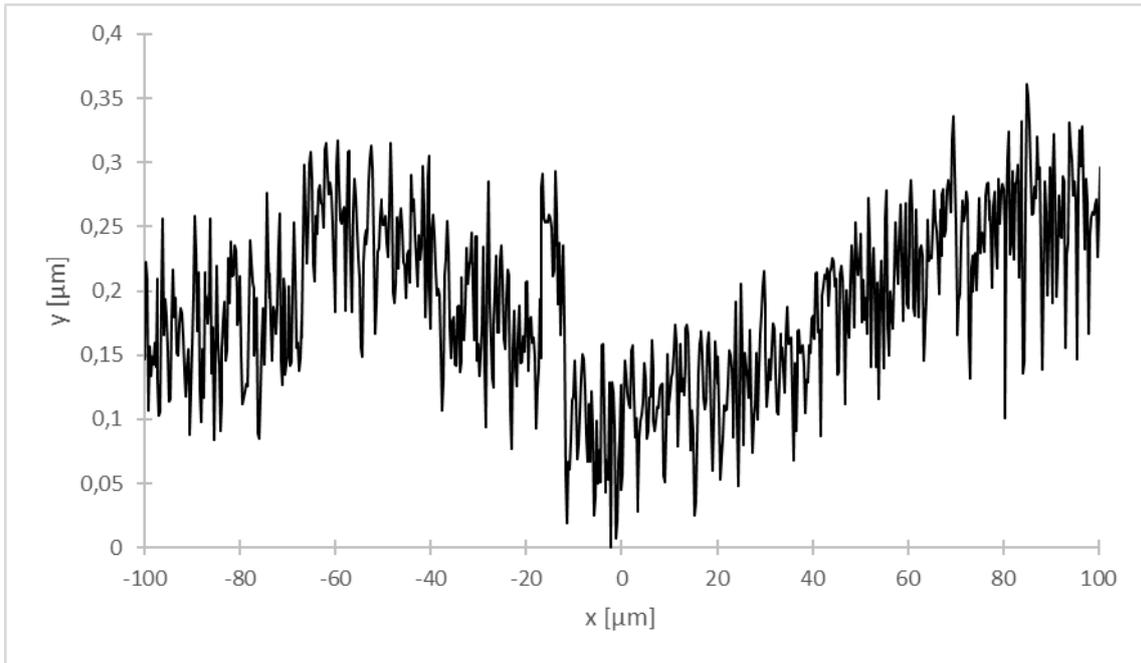


Figura B.57. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 20^\circ \pm 1^\circ$.

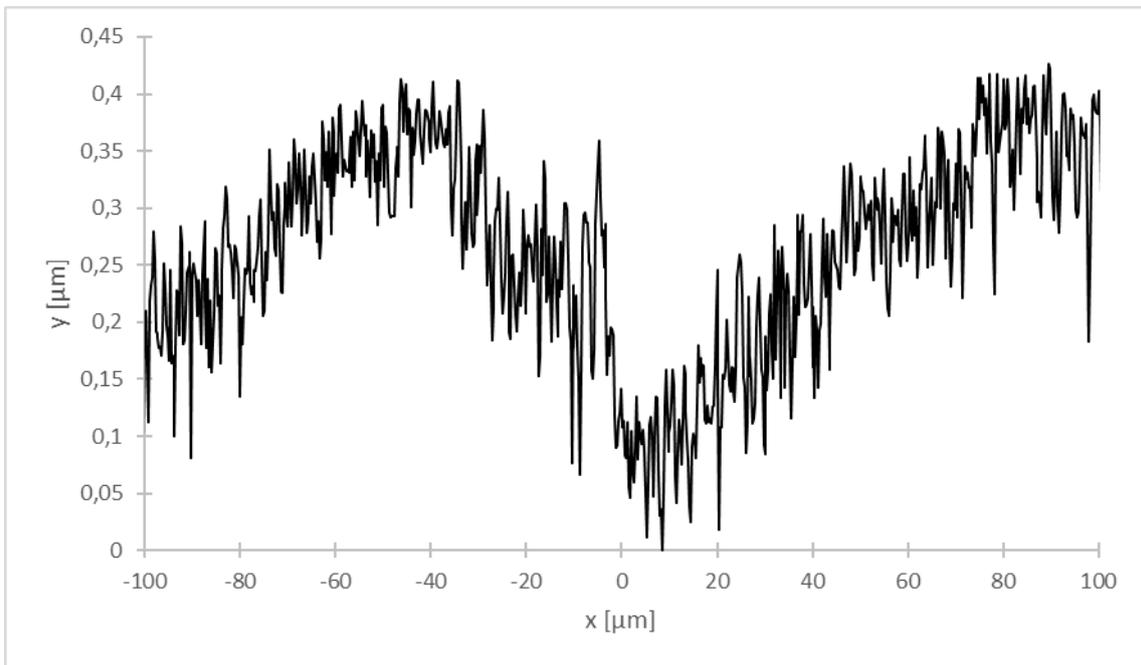


Figura B.58. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (17^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 24^\circ \pm 1^\circ$.

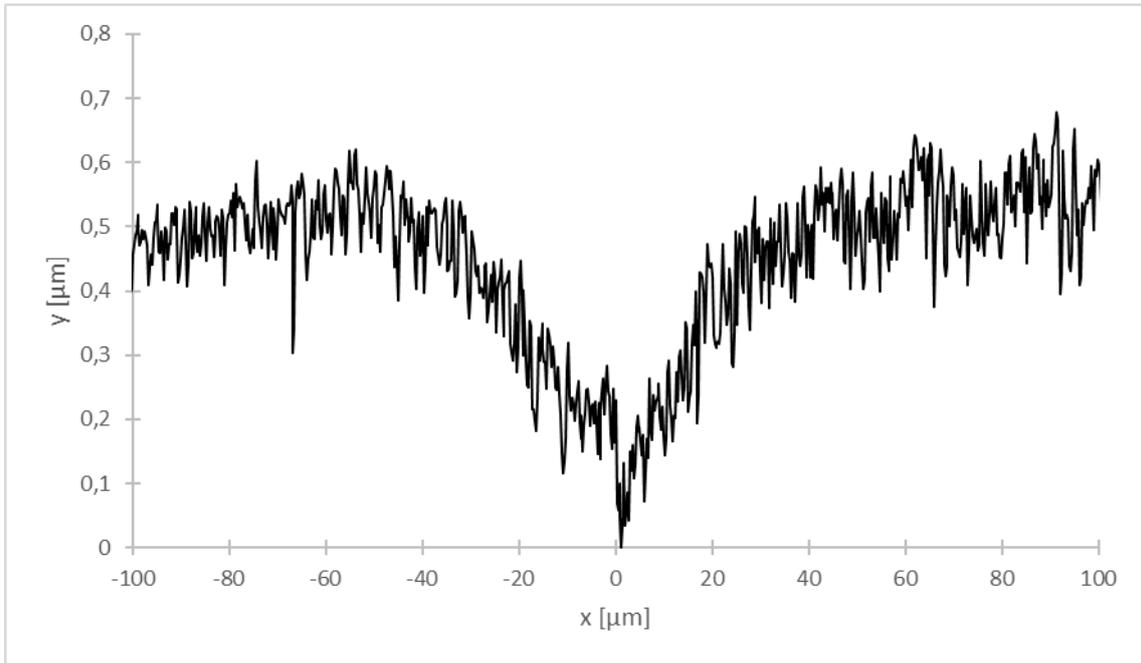


Figura B.59. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (25^\circ \pm 3^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 28^\circ \pm 1^\circ$.

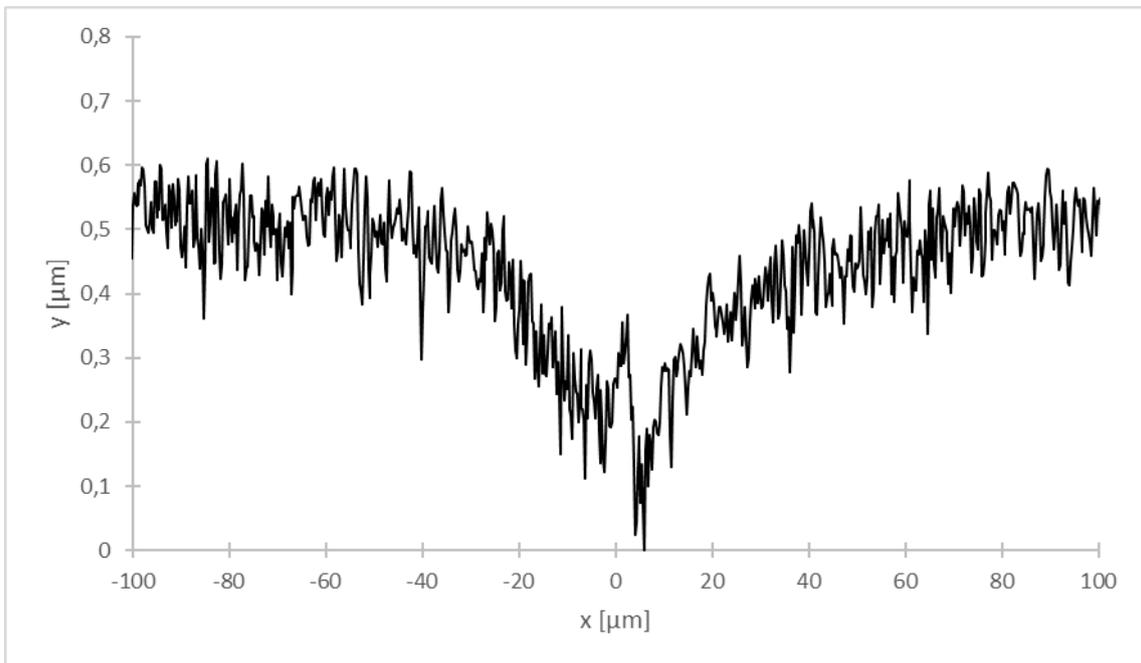


Figura B.60. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (25^\circ \pm 3^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 26^\circ \pm 1^\circ$.

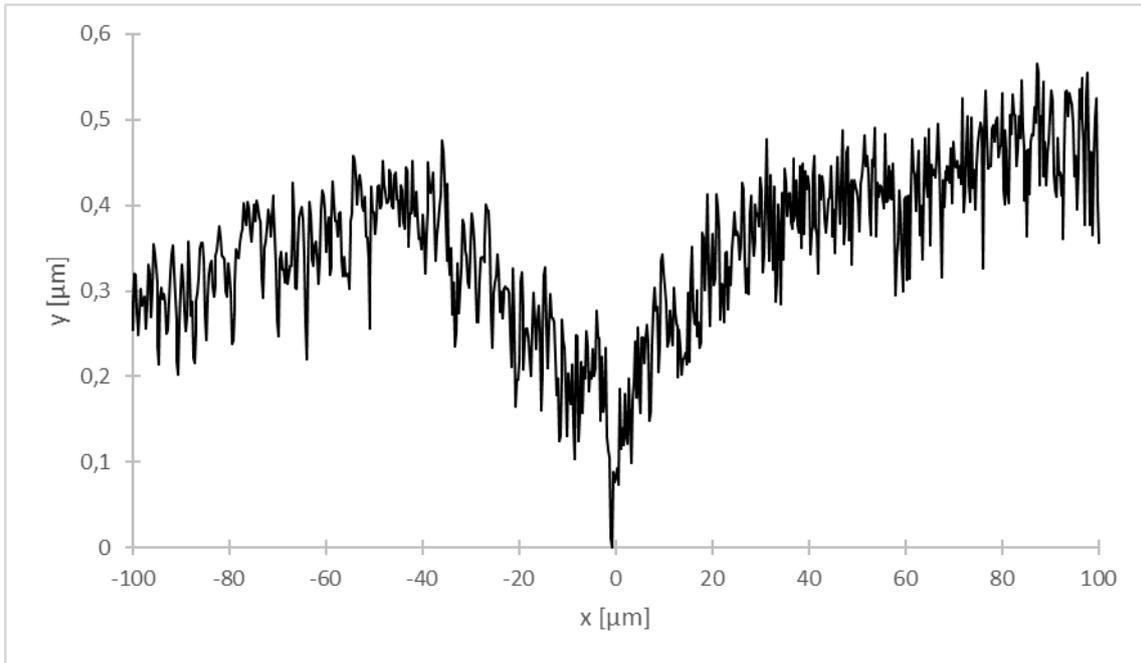


Figura B.61. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (25^\circ \pm 3^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 29^\circ \pm 1^\circ$.

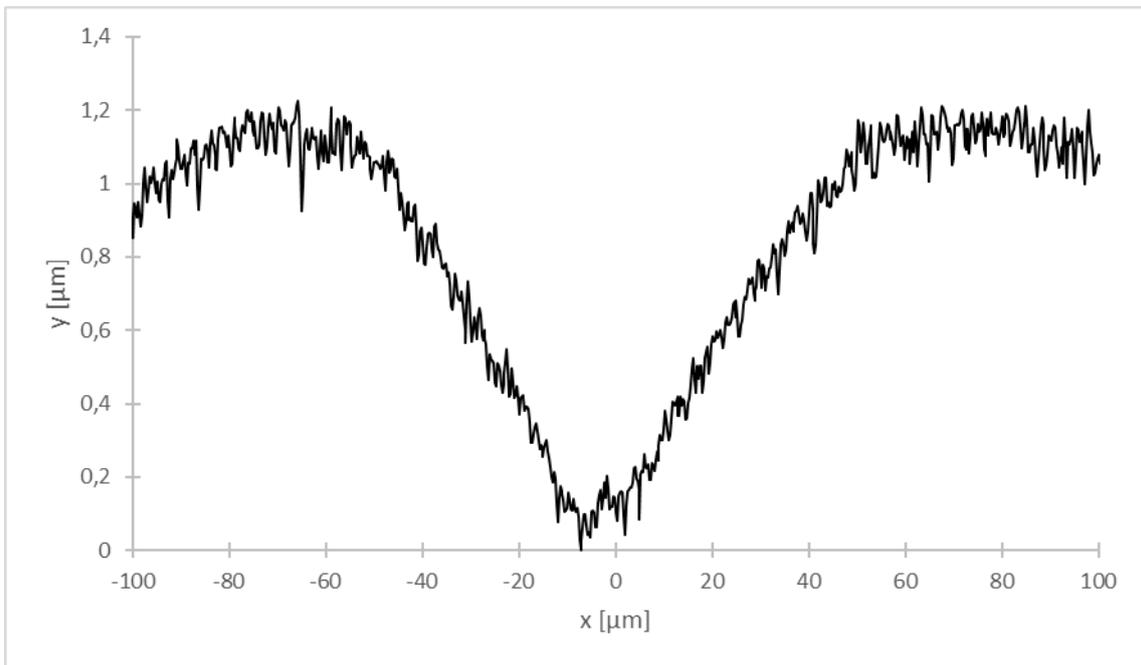


Figura B.62. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 3^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 25^\circ \pm 1^\circ$.

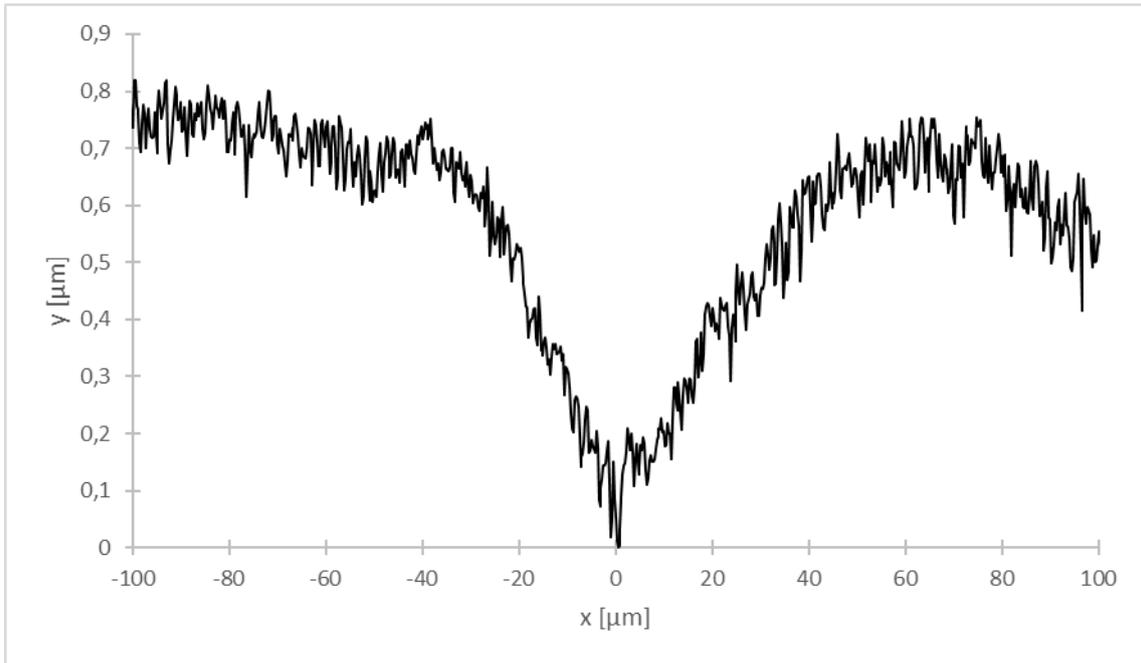


Figura B.63. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 3^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 22^\circ \pm 1^\circ$.

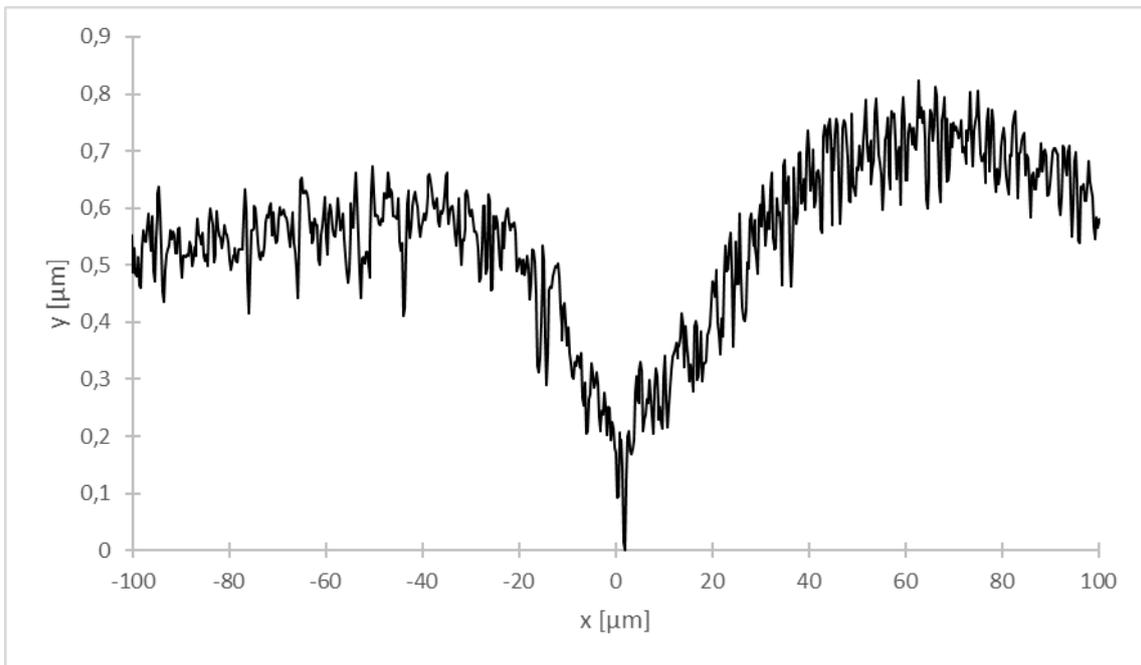


Figura B.64. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 3^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 21^\circ \pm 1^\circ$.

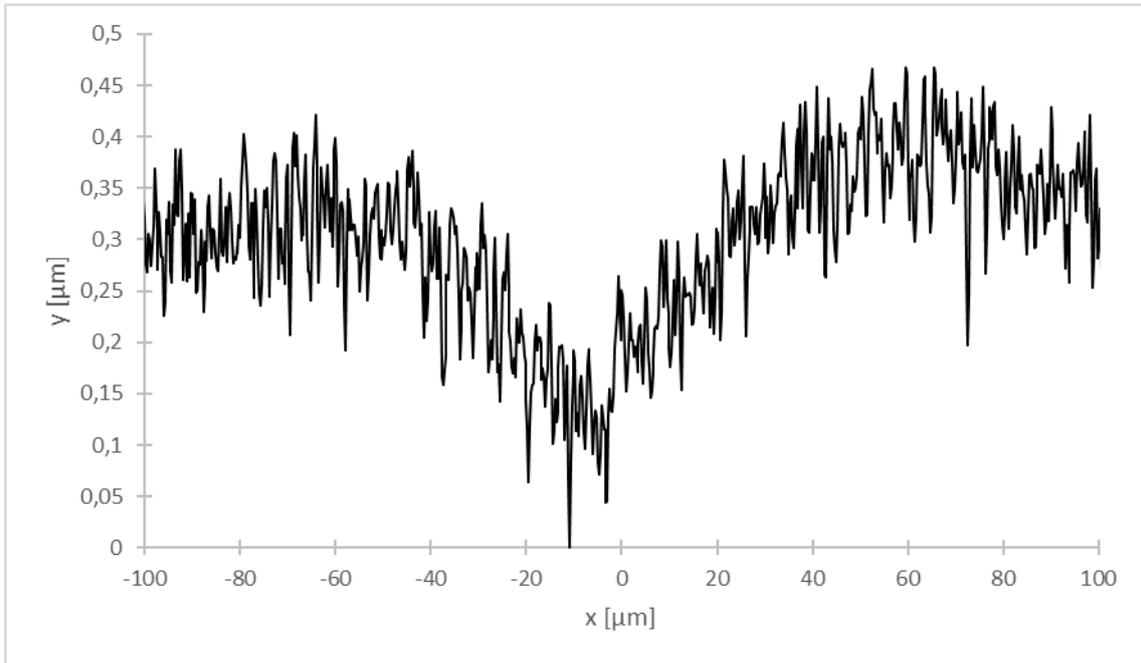


Figura B.65. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (27^\circ \pm 3^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 23^\circ \pm 1^\circ$.

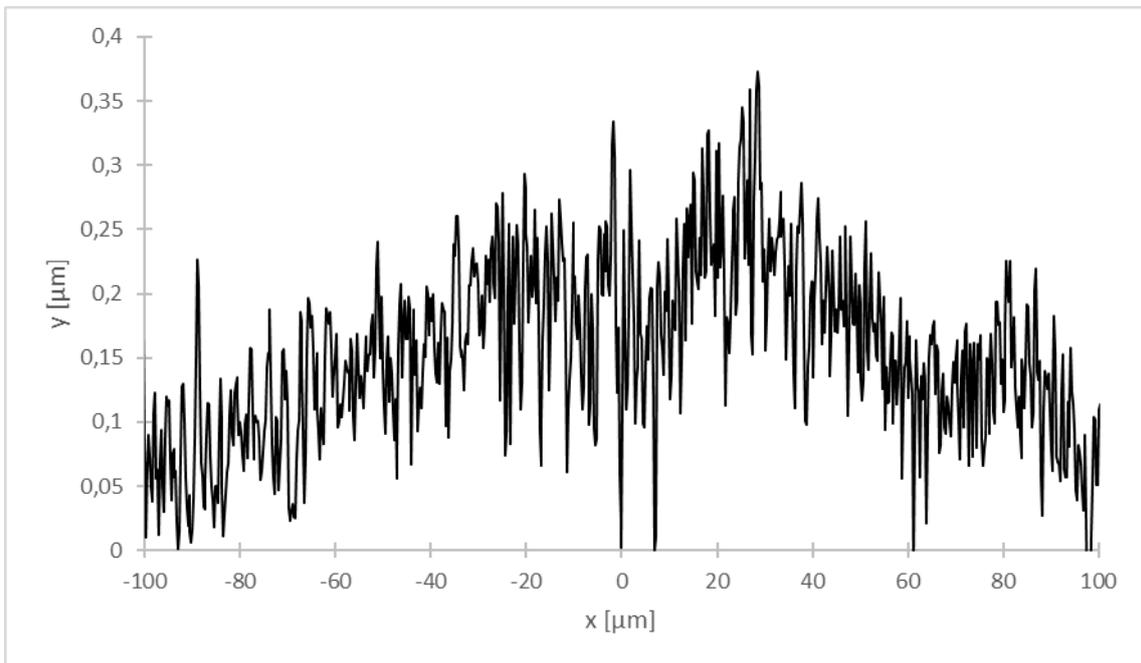


Figura B.66. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 18^\circ \pm 1^\circ$.

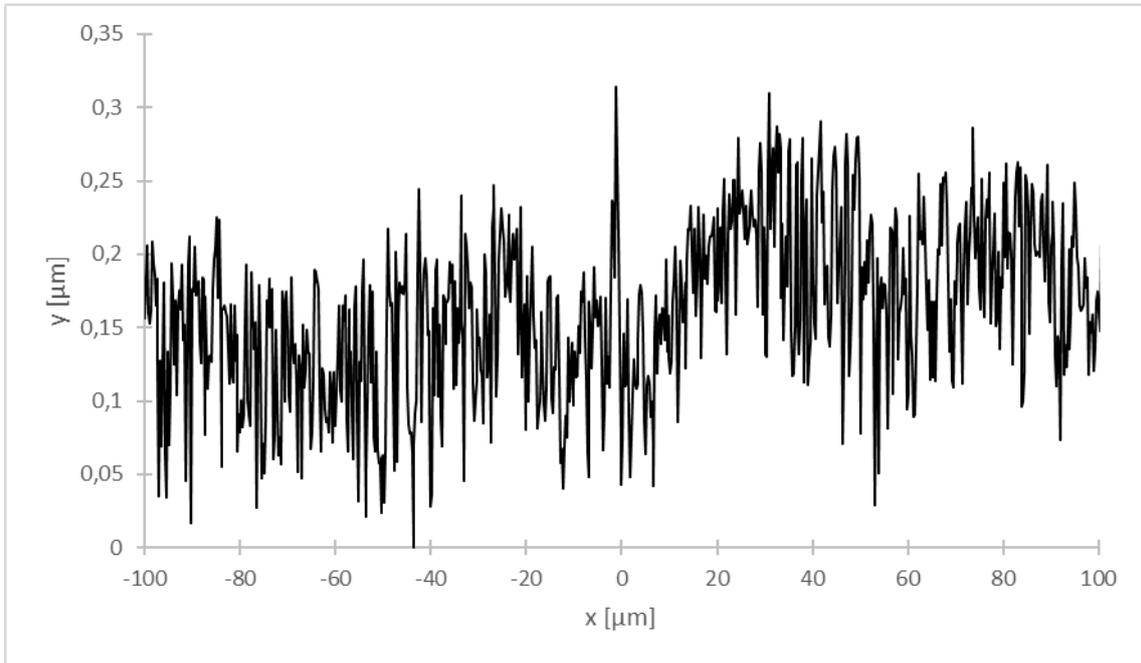


Figura B.67. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 21^\circ \pm 1^\circ$.

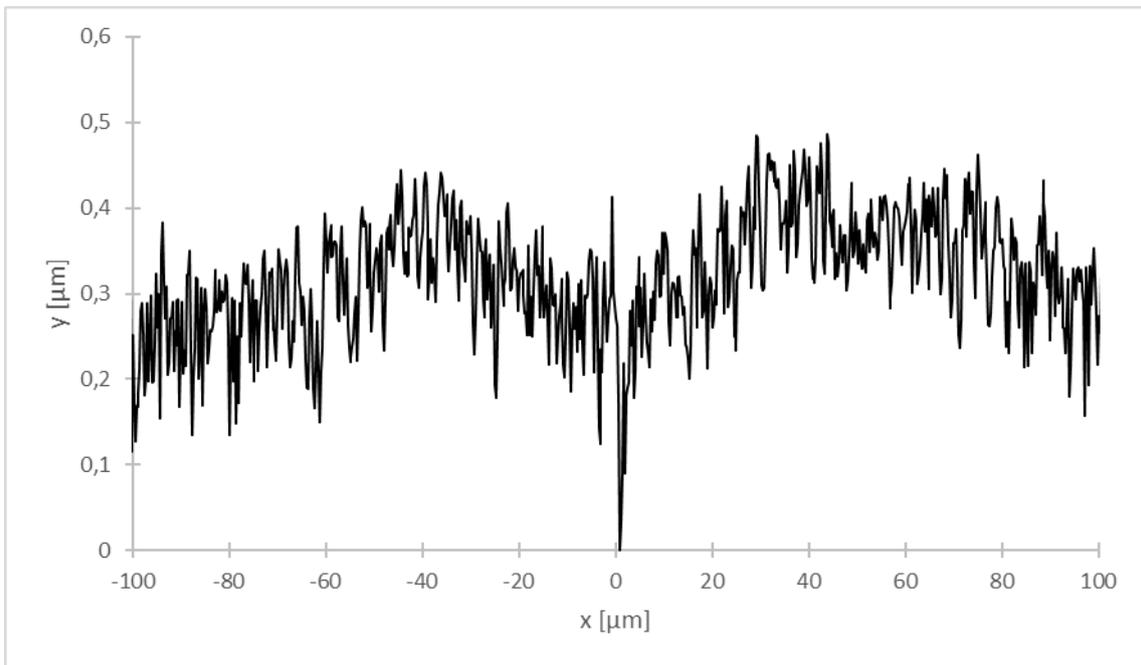


Figura B.68. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 11\bar{2}0 \rangle / (85^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = -4^\circ \pm 1^\circ$.

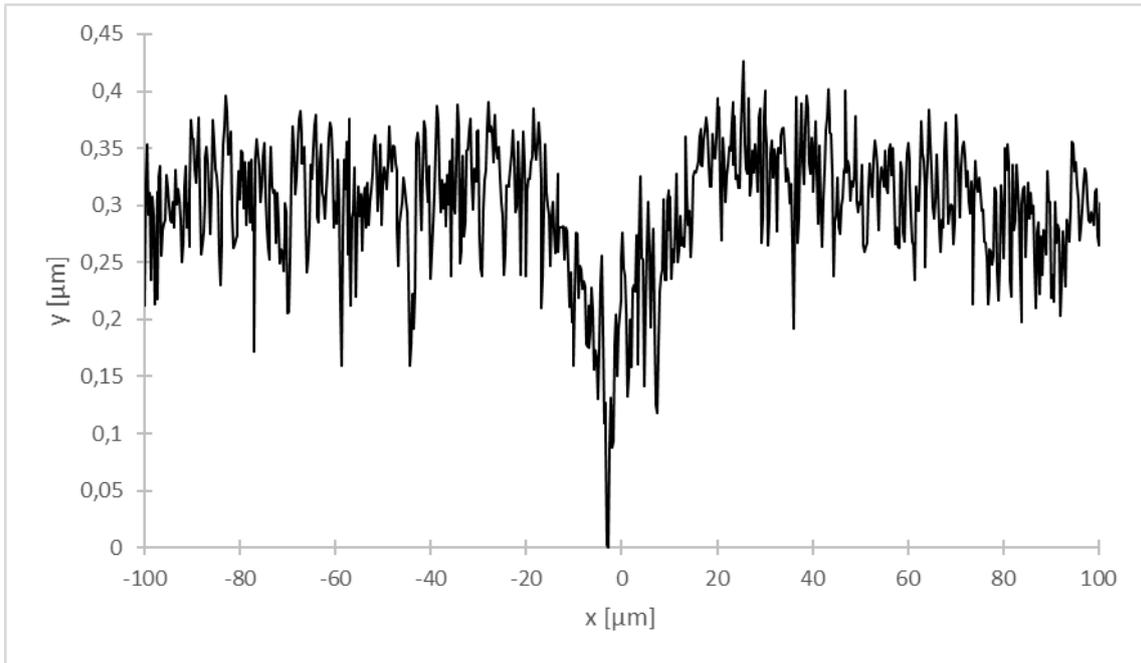


Figura B.69. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 30^\circ \pm 1^\circ$.

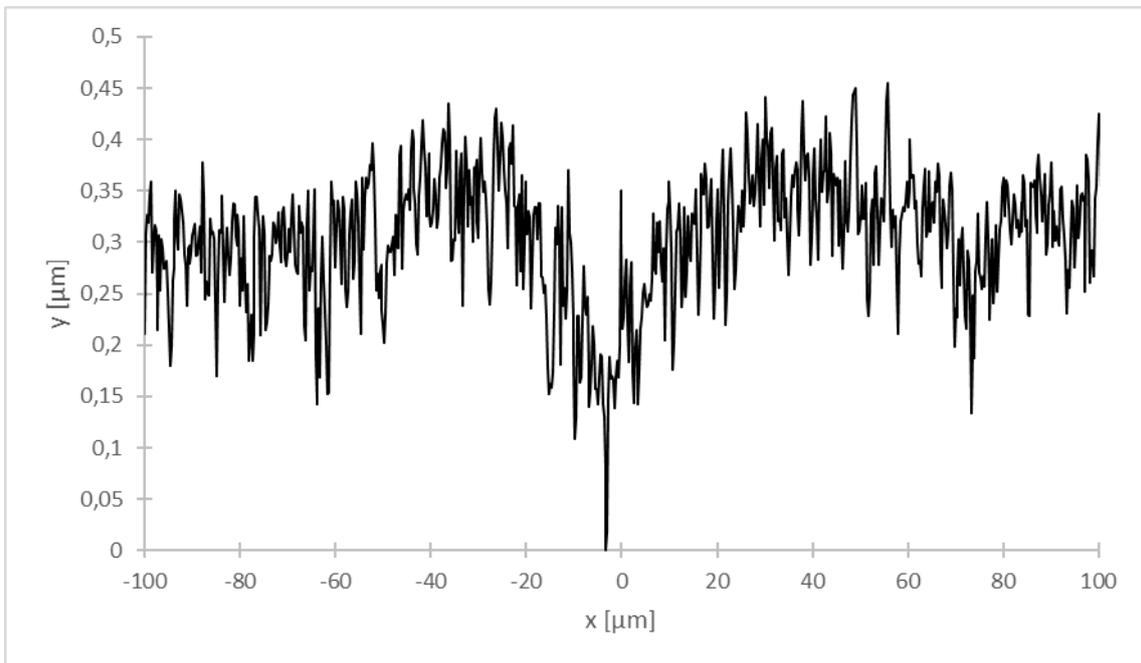


Figura B.70. Perfil de borde de grano sobre la superficie de bicristal $\langle 0001 \rangle / (29^\circ \pm 2^\circ)$; $T = -5,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$; $\alpha = 9^\circ \pm 1^\circ$.

Apéndice C. Energía relativa superficial de borde de grano en hielo – Tablas de valores

En la siguiente tabla se muestra la energía relativa superficial de borde de grano γ_{bg}/γ_s en hielo puro de bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ para una temperatura $T = -18,0^\circ \pm 0,1^\circ$. La energía relativa fue medida acorde a la Ecuación (29) para distintas zonas de inclinación α sobre muestras de desorientación fija φ :

Tabla 5.

Energía relativa superficial de borde de grano en hielo puro, para cristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ y $T = -18,0^\circ \pm 0,1^\circ$.

| $\varphi \pm 2^\circ$ | $\alpha \pm 1^\circ$ | $\gamma_{bg}/\gamma_s \pm 0,1$ |
|-----------------------|----------------------|--------------------------------|
| 28° | 0° | 0,4 |
| 28° | 0° | 1,1 |
| 28° | 0° | 1,0 |
| 28° | 1° | 0,6 |
| 28° | 1° | 0,9 |
| 28° | 1° | 1,2 |
| 28° | 2° | 1,2 |
| 28° | 2° | 1,0 |
| 28° | 3° | 1,2 |
| 28° | 4° | 1,3 |
| 28° | 5° | 1,4 |
| 28° | 5° | 1,4 |
| 28° | 6° | 1,3 |
| 28° | 6° | 1,5 |
| 28° | 8° | 1,6 |
| 28° | 11° | 1,7 |
| 28° | 11° | 1,7 |
| 43° | 0° | 0,5 |
| 43° | 1° | 0,3 |
| 43° | 2° | 0,8 |
| 43° | 2° | 0,4 |
| 43° | 2° | 0,6 |
| 43° | 3° | 0,4 |
| 43° | 3° | 0,5 |
| 43° | 4° | 0,5 |
| 43° | 5° | 0,6 |
| 43° | 5° | 0,5 |
| 43° | 7° | 0,7 |
| 43° | 9° | 0,8 |
| 43° | 9° | 1,1 |
| 43° | 9° | 0,8 |
| 43° | 10° | 0,9 |
| 43° | 10° | 0,9 |
| 43° | 10° | 1,2 |
| 43° | 10° | 1,1 |
| 43° | 11° | 1,1 |
| 43° | 11° | 1,1 |
| 43° | 11° | 1,0 |

| $\varphi \pm 2^\circ$ | $\alpha \pm 1^\circ$ | $\gamma_{bg}/\gamma_s \pm 0,1$ |
|-----------------------|----------------------|--------------------------------|
| 43° | 15° | 0,8 |
| 43° | 17° | 1,3 |
| 43° | 17° | 0,9 |
| 43° | 38° | 1,1 |
| 43° | 52° | 1,2 |
| 52° | 1° | 0,7 |
| 52° | 1° | 0,8 |
| 52° | 1° | 0,5 |
| 52° | 2° | 0,7 |
| 52° | 2° | 0,6 |
| 52° | 4° | 0,6 |
| 52° | 5° | 0,7 |
| 52° | 6° | 0,8 |
| 52° | 7° | 0,9 |
| 52° | 8° | 0,8 |
| 52° | 8° | 0,7 |
| 52° | 8° | 0,8 |
| 52° | 10° | 0,9 |
| 52° | 11° | 0,9 |
| 52° | 11° | 1,2 |
| 52° | 11° | 1,0 |
| 52° | 12° | 0,9 |
| 52° | 14° | 1,3 |
| 52° | 15° | 1,2 |
| 71° | 0° | 0,4 |
| 71° | 2° | 0,4 |
| 71° | 3° | 0,5 |
| 71° | 6° | 0,4 |
| 71° | 6° | 0,7 |
| 71° | 7° | 0,5 |
| 71° | 8° | 0,6 |
| 71° | 10° | 0,3 |
| 71° | 10° | 0,7 |
| 71° | 11° | 0,8 |
| 71° | 11° | 0,7 |
| 71° | 21° | 1,1 |
| 71° | 24° | 1,4 |
| 71° | 27° | 1,5 |
| 71° | 32° | 1,4 |
| 85° | 2° | 0,9 |
| 85° | 2° | 1,0 |
| 85° | 3° | 1,0 |
| 85° | 4° | 0,8 |
| 85° | 4° | 0,9 |
| 85° | 5° | 1,0 |
| 85° | 5° | 0,8 |
| 85° | 6° | 1,0 |
| 85° | 7° | 0,8 |
| 85° | 10° | 0,9 |

| $\varphi \pm 2^\circ$ | $\alpha \pm 1^\circ$ | $\gamma_{bg}/\gamma_s \pm 0,1$ |
|-----------------------|----------------------|--------------------------------|
| 85° | 12° | 1,0 |
| 85° | 13° | 1,0 |
| 85° | 14° | 1,0 |
| 85° | 16° | 1,2 |
| 85° | 19° | 1,2 |
| 85° | 23° | 1,2 |
| 85° | 24° | 1,1 |
| 85° | 31° | 1,3 |

En la siguiente tabla se muestra la energía relativa superficial de borde de grano γ_{bg}/γ_s en hielo puro de bicristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ para una temperatura $T = -5,0^\circ \pm 0,1^\circ$. La energía relativa fue medida acorde a la Ecuación (29) para distintas inclinaciones α sobre muestras de inclinación fija φ :

Tabla 6.

Energía relativa superficial de borde de grano en hielo puro, para cristales $\langle 11\bar{2}0 \rangle/\varphi$ y $T = -5,0^\circ \pm 0,1^\circ$.

| $\varphi \pm 2^\circ$ | $\alpha \pm 1^\circ$ | $\gamma_{bg}/\gamma_s \pm 0,1$ |
|-----------------------|----------------------|--------------------------------|
| 32° | 0° | 0,3 |
| 32° | 1° | 1,4 |
| 32° | 4° | 1,5 |
| 32° | 5° | 1,1 |
| 32° | 6° | 1,6 |
| 32° | 6° | 1,6 |
| 32° | 6° | 0,8 |
| 32° | 6° | 0,8 |
| 32° | 7° | 0,9 |
| 32° | 7° | 0,9 |
| 32° | 8° | 1,6 |
| 32° | 8° | 1,1 |
| 32° | 9° | 0,6 |
| 32° | 11° | 0,8 |
| 32° | 14° | 1,0 |
| 32° | 29° | 1,5 |
| 38° | 0° | 0,3 |
| 38° | 0° | 0,2 |
| 38° | 2° | 0,5 |
| 38° | 2° | 0,4 |
| 38° | 4° | 0,3 |
| 38° | 4° | 0,5 |
| 38° | 4° | 0,5 |
| 38° | 5° | 0,4 |
| 38° | 7° | 0,6 |
| 38° | 8° | 0,4 |
| 38° | 12° | 0,3 |
| 38° | 12° | 0,5 |
| 38° | 21° | 0,1 |
| 38° | 37° | 0,2 |
| 38° | 53° | 0,3 |
| 52° | 0° | 0,4 |

| $\varphi \pm 2^\circ$ | $\alpha \pm 1^\circ$ | $\gamma_{bg}/\gamma_s \pm 0,1$ |
|-----------------------|----------------------|--------------------------------|
| 52° | 0° | 0,5 |
| 52° | 0° | 0,9 |
| 52° | 0° | 0,5 |
| 52° | 0° | 0,6 |
| 52° | 0° | 0,8 |
| 52° | 1° | 0,8 |
| 52° | 1° | 0,8 |
| 52° | 1° | 0,8 |
| 52° | 1° | 0,8 |
| 52° | 3° | 1,0 |
| 52° | 4° | 0,7 |
| 52° | 4° | 0,5 |
| 52° | 4° | 0,6 |
| 52° | 4° | 0,8 |
| 52° | 5° | 0,6 |
| 52° | 5° | 0,7 |
| 70° | 0° | 0,3 |
| 70° | 1° | 0,4 |
| 70° | 2° | 0,4 |
| 70° | 4° | 0,4 |
| 70° | 5° | 0,4 |
| 70° | 5° | 0,2 |
| 70° | 6° | 0,3 |
| 70° | 6° | 0,4 |
| 70° | 6° | 0,4 |
| 70° | 10° | 0,3 |
| 70° | 11° | 0,4 |
| 70° | 11° | 0,4 |
| 70° | 13° | 0,4 |
| 70° | 17° | 0,4 |
| 70° | 21° | 0,4 |
| 70° | 23° | 0,5 |
| 70° | 31° | 1,1 |
| 70° | 45° | 0,8 |
| 70° | 51° | 0,5 |
| 85° | 4° | 0,7 |
| 85° | 4° | 0,7 |
| 85° | 4° | 0,5 |
| 85° | 6° | 0,6 |
| 85° | 6° | 0,5 |
| 85° | 9° | 0,5 |
| 85° | 9° | 0,6 |
| 85° | 11° | 0,5 |
| 85° | 11° | 0,5 |
| 85° | 13° | 0,4 |
| 85° | 26° | 0,3 |
| 85° | 27° | 0,3 |
| 85° | 33° | 0,4 |
| 85° | 35° | 0,3 |

En la siguiente tabla se muestra la energía relativa superficial de borde de grano γ_{bg}/γ_s en hielo puro de bicristales $\langle 0001 \rangle/\varphi$ para una temperatura $T = -18,0^\circ \pm 0,1^\circ$. La energía relativa fue medida acorde a la Ecuación (29) para distintas inclinaciones α sobre muestras de inclinación fija φ :

Tabla 7.

Energía relativa superficial de borde de grano en hielo puro, para cristales $\langle 0001 \rangle/\varphi$ y $T = -18,0^\circ \pm 0,1^\circ$.

| $\varphi \pm 2^\circ$ | $\alpha \pm 1^\circ$ | $\gamma_{bg}/\gamma_s \pm 0,05$ |
|-----------------------|----------------------|---------------------------------|
| 0° | 1° | 0,41 |
| 0° | 4° | 0,43 |
| 0° | 5° | 0,43 |
| 0° | 12° | 0,50 |
| 0° | 13° | 0,52 |
| 0° | 20° | 0,47 |
| 0° | 21° | 0,61 |
| 0° | 24° | 0,45 |
| 8° | 2° | 0,31 |
| 8° | 4° | 0,43 |
| 8° | 7° | 0,40 |
| 8° | 10° | 0,51 |
| 8° | 10° | 0,44 |
| 8° | 11° | 0,37 |
| 8° | 12° | 0,40 |
| 8° | 13° | 0,35 |
| 8° | 13° | 0,49 |
| 8° | 14° | 0,56 |
| 8° | 18° | 0,50 |
| 8° | 19° | 0,47 |
| 8° | 22° | 0,60 |
| 8° | 24° | 0,32 |
| 8° | 24° | 0,43 |
| 8° | 26° | 0,44 |
| 8° | 26° | 0,41 |
| 8° | 30° | 0,57 |
| 8° | 2° | 0,31 |
| 12° | 1° | 0,28 |
| 12° | 4° | 0,53 |
| 12° | 7° | 0,31 |
| 12° | 10° | 0,33 |
| 12° | 12° | 0,29 |
| 12° | 12° | 0,31 |
| 12° | 13° | 0,47 |
| 12° | 14° | 0,59 |
| 12° | 18° | 0,48 |
| 12° | 22° | 0,35 |
| 12° | 23° | 0,36 |
| 12° | 24° | 0,36 |
| 12° | 24° | 0,29 |
| 12° | 26° | 0,44 |
| 12° | 28° | 0,39 |
| 12° | 29° | 0,51 |
| 17° | 11° | 0,29 |

| $\varphi \pm 2^\circ$ | $\alpha \pm 1^\circ$ | $\gamma_{bg}/\gamma_s \pm 0,05$ |
|-----------------------|----------------------|---------------------------------|
| 17° | 18° | 0,30 |
| 17° | 20° | 0,41 |
| 17° | 21° | 0,43 |
| 17° | 22° | 0,24 |
| 17° | 24° | 0,57 |
| 17° | 26° | 0,37 |
| 17° | 26° | 0,41 |
| 17° | 29° | 0,21 |
| 27° | 22° | 0,34 |
| 27° | 24° | 0,46 |
| 27° | 24° | 0,36 |
| 27° | 27° | 0,27 |
| 26° | 7° | 0,34 |
| 26° | 12° | 0,20 |
| 26° | 18° | 0,51 |
| 26° | 22° | 0,34 |
| 26° | 23° | 0,38 |
| 26° | 26° | 0,50 |
| 26° | 27° | 0,37 |
| 26° | 29° | 0,32 |
| 26° | 26° | 0,52 |
| 29° | 18° | 0,29 |
| 29° | 19° | 0,32 |
| 29° | 23° | 0,27 |
| 29° | 25° | 0,32 |
| 29° | 28° | 0,27 |
| 29° | 30° | 0,28 |

En la siguiente tabla se muestra la energía relativa superficial de borde de grano γ_{bg}/γ_s en hielo puro de bicristales $\langle 0001 \rangle / \varphi$ para una temperatura $T = -5,0^\circ \pm 0,1^\circ$. La energía relativa fue medida acorde a la Ecuación (29) para distintas inclinaciones α sobre muestras de inclinación fija φ :

Tabla 8.

Energía relativa superficial de borde de grano en hielo puro, para cristales $\langle 0001 \rangle / \varphi$ y $T = -5,0^\circ \pm 0,1^\circ$.

| $\varphi \pm 2^\circ$ | $\alpha \pm 1^\circ$ | $\gamma_{bg}/\gamma_s + 0,05$ |
|-----------------------|----------------------|-------------------------------|
| 17° | 4° | 0,01 |
| 17° | 19° | 0,01 |
| 17° | 20° | 0,01 |
| 17° | 23° | 0,01 |
| 17° | 24° | 0,01 |
| 17° | 29° | 0,01 |
| 26° | 26° | 0,03 |
| 26° | 28° | 0,03 |
| 26° | 29° | 0,03 |
| 27° | 21° | 0,03 |
| 27° | 22° | 0,04 |
| 27° | 23° | 0,01 |
| 27° | 24° | 0,01 |
| 27° | 25° | 0,05 |
| 27° | 25° | 0,02 |
| 27° | 27° | 0,01 |
| 27° | 27° | 0,04 |
| 27° | 21° | 0,03 |
| 22° | 9° | 0,09 |
| 22° | 17° | 0,03 |
| 22° | 18° | 0,01 |
| 22° | 21° | 0,01 |
| 22° | 30° | 0,08 |

Apéndice D. Abreviaturas

BG: borde de grano

CSL: red de sitios de coincidencia

STGB: borde de grano tilt simétrico

ATGB: borde de grano tilt asimétrico

TwGB: borde de grano twist

MF: modelo de facetas