

EFECTO DE LA INCLINACIÓN SOBRE LA DIFUSIVIDAD DEL BORDE DE GRANO EN HIELO.

Di Prinzio C. L. y Nasello O. B¹

Facultad de Matemática, Astronomía y Física (FAMAF)
Universidad Nacional de Córdoba, Laprida 854, 5000 Córdoba

Se estudio la migración del borde de grano en bicristales de hielo ultrapuro siguiendo el método de Sun-Bauner. Se analizó la influencia de la inclinación del borde de grano en la difusividad del mismo ($M\gamma$: movilidad y energía de la interface). Las muestras se obtuvieron a partir de cristales con desorientación relativa correspondiente a una rotación de $\theta = 45^\circ$ y 20° alrededor del eje $\langle 10\bar{1}0 \rangle$.

Los bicristales tipo Sun-Bauner fueron cortados de forma tal que el eje de rotación (ω) fuera normal (ω_n) o paralelo (ω_p) a la dirección de movimiento del borde de grano. De esta forma, durante la migración los bordes de grano con ω_p fueron de tipo Tilt y los con (ω_n) fueron de tipo Twist.

Se encontró que los valores de difusividad para la desorientación $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 45^\circ$ a temperaturas de recocido entre -2 y -20°C , correspondiente a bordes de grano tipo Tilt son mayores que para los tipo Twist, encontrando resultados contrarios al analizar la desorientación $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 20^\circ$.

Los resultados son analizados teniendo en cuenta la teoría de red de sitios de coincidencia (CLS) para la estructura de bordes de grano en hielo.

I. INTRODUCCIÓN

El proceso de migración de límite de grano en hielo ha sido estudiado por diferentes autores, midiendo crecimiento de grano en policristales¹⁻⁵. Las velocidades de crecimiento de grano obtenidas muestran grandes variaciones, las cuales no han sido entendidas completamente hasta ahora. La posible causa de estas variaciones puede ser la anisotropía de la energía superficial y de la movilidad de los bordes de grano, debido a la inclinación del límite de grano o la desorientación entre los cristales adyacentes a la interfase.

La dependencia de la velocidad de migración para cada tipo de borde puede ser estudiada individualmente con muestras bicristalinas. Una típica configuración para estudiar la migración de los bordes de grano es la propuesta por Sun-Bauer⁶. En este caso se demuestra que la distancia a recorrida por el borde de grano desde su posición inicial es:

$$a^2 = 2M\gamma f(\alpha)t$$

donde $M\gamma$ es la difusividad del borde de grano (M = movilidad y γ = energía superficial), f es un factor de magnificación que depende del ángulo α , formando entre el borde de grano y la superficie libre de la muestra, y t es el tiempo transcurrido.

En el caso de hielo la migración en bicristales fue estudiada previamente, siguiendo este método,

por los presentes autores^{7,8} y por Hondo e Higashi⁹. En los trabajos realizados previamente, los presentes autores estudiaron la migración de los límites de grano de tipo Tilt obtenidos por rotación alrededor de los ejes $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, $\langle 10\bar{2}0 \rangle$ y $\langle 0001 \rangle$ para distintos ángulos de rotación y en función de la temperatura de recocido. Los resultados obtenidos mostraron que los bordes de grano de bajo ángulo y algunos especiales migraban con velocidad un orden de magnitud más lentos que los de alto ángulo. Entre estos últimos bordes de grano había algunos que correspondían a bicristales con una red de sitios de coincidencia de alta densidad.

Hondo e Higashi⁹ determinaron la velocidad de migración de bordes de grano a -2°C para bicristales donde la desorientación cristalina de los cristales adyacentes fue un ángulo de $\theta = 35^\circ$ alrededor del eje cristalino $\langle 10\bar{1}0 \rangle$. Ellos usaron dos configuraciones, una con el eje de rotación perpendicular a la dirección de movimiento del límite de grano ω_n y otra con el eje paralelo ω_p , siendo los bordes de grano resultantes de tipo Twist y Tilt respectivamente. Estos autores encontraron que la velocidad de migración de la primera configuración fue mucho mayor que la segunda. Este comportamiento fue explicado considerando que las facetas formadas sobre los bordes de grano más lentos estaban orientadas sobre planos de alta densidad de la red de sitios de coincidencia (CLS).

¹ Investigadora del CONICET

En los metales se observa que la velocidad de migración depende fuertemente de la orientación cristalográfica y de la inclinación del borde de grano. Bokstein et al.¹⁰ observaron que la movilidad de bordes de grano tipo Tilt en bicristales de aluminio son más altas que de tipo Twist para la misma desorientación cristalográfica. Además observaron que la movilidad de los bordes de grano esencialmente independiente del ángulo de rotación excepto para bordes de grano de bajo ángulo.

Tomando en cuenta todos estos resultados vemos que no existe un comportamiento claro de la dependencia de los límites de grano con la orientación cristalográfica y con la inclinación del borde grano. Para comprender este fenómeno, en este trabajo se realizaron nuevos experimentos de migración de borde de grano en hielo, en bicristales con una red de sitios de coincidencia de alta densidad, en configuraciones Tilt y Twist.

II. DISEÑO EXPERIMENTAL

Los bicristales fueron crecidos en una caja de acrílico transparente, de 10 x 10 x 5 cm de tamaño, la cual tiene dos puntas de bronce, atornilladas en su base a 0,5 cm del centro. La caja fue mantenida dentro de un freezer de alrededor de -27 °C con sus puntas insertadas en un bloque de plomo. Se utilizaron como semillas de hielo dos pequeños cúbitos de 0,5 cm de lado cortados previamente de un monocristal, cuya orientación cristalina se determinó por el método de la réplica plástica¹¹. Estas semillas fueron colocadas sobre las puntas frías en el interior de la caja rotadas una con respecto a la otra según el ángulo deseado. Para que los bicristales tuvieran la misma orientación cristalina se cortaba una semilla bicristalina del bicristal inicial y se procedía a colocarlo sobre las dos puntas de la caja. A continuación se colocaba agua ultra pura dentro de la caja (0.6 μ S de continuidad), la cual fue hervida para disolver el aire y enfriada hasta 0 °C y se cerraba la caja herméticamente para evitar la contaminación durante el proceso de crecimiento. Las paredes de la caja fueron calentadas a 0 °C por resistencias eléctricas fijas.

Por el método descrito arriba se crecieron, inicialmente, los bicristales con borde de grano tipo Tilt y luego, mediante una rotación de 90° de una semilla bicristalina de este grupo, se creció el grupo de los bicristales con bordes de grano tipo Twist.

Las muestras, de 1 x 1 x 0,5 cm de tamaño, cortadas de acuerdo a la configuración de Sun y Bauer, fueron introducidas en una caja de acrílico transparentes llenas de aceite de siliconas y cerradas herméticamente para evitar la contaminación y evaporación durante el tiempo de recocido. Las temperaturas de recocido fueron fijadas a -2, -6, -10 y -20 °C con una oscilación de ± 0.2 °C y el tiempo máximo de recocido fue de 800 *hs*.

A fin de seguir la evolución del borde grano, las muestras fueron observadas y fotografiadas a intervalos discretos de tiempo entre polaroids cruzados en un microscopio localizado en una cámara a -27 °C.

En algunos casos, notamos, que al igual que en trabajos previos⁷, que los bordes de grano no formaban con la superficie principal de la muestra un ángulo recto, como debería ser la configuración de Sun y Bauer. En estos casos, las fotografías fueron tomadas poniendo en foco la parte superior de la muestra y luego la parte inferior. De esta manera la velocidad de migración fue medida en ambas caras y se tomó un promedio de las mismas.

III. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los resultados obtenidos de $M\gamma$ para los bordes de grano estudiados son presentados en la Tabla 1. En esta tabla, podemos observar que, para ambas configuraciones de la desorientación cristalina $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 20^\circ$, no se registró movimiento alguno para las temperaturas de recocido de -10 °C y -20 °C. Lo mismo se observa en el borde de tipo Twist de la desorientación cristalina $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 45^\circ$.

Comparando los valores de difusividad para las dos configuraciones correspondientes a una misma desorientación se nota que, para la desorientación cristalina $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 45^\circ$ la difusividad de los bordes de grano tipo Tilt es mayor que la de los bordes tipo Twist. Un comportamiento contrario se observa en la desorientación cristalina de $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 20^\circ$.

En algunos casos correspondientes a valores bajo de difusividad se observó que los límites de grano se facetaban, manteniéndose la misma inclinación a lo largo de todo el proceso de migración.

TABLA 1: Valores experimentales de $M\gamma$ para las configuraciones Tilt y Twist.

Tipo de Borde	Desorientación Cristalina	Temperatura (°C)	$M\gamma$ ($10^{-8}\text{cm}^2/\text{seg}$)
Tilt	$\langle 10\bar{1}0 \rangle / 45^\circ$	-2	6
		-6	0.8
		-10	0.085
	$\langle 10\bar{1}0 \rangle / 45^\circ$	-2	0.015
		-6	0.5
		-10	0.09
Twist	$\langle 10\bar{1}0 \rangle / 45^\circ$	-2	0.4
		-6	0.15
		-10	-
	$\langle 10\bar{1}0 \rangle / 20^\circ$	-2	-
		-6	0.8
		-10	-
$\langle 10\bar{1}0 \rangle / 45^\circ$	-2	0.4	
	-6	0.15	
	-10	-	

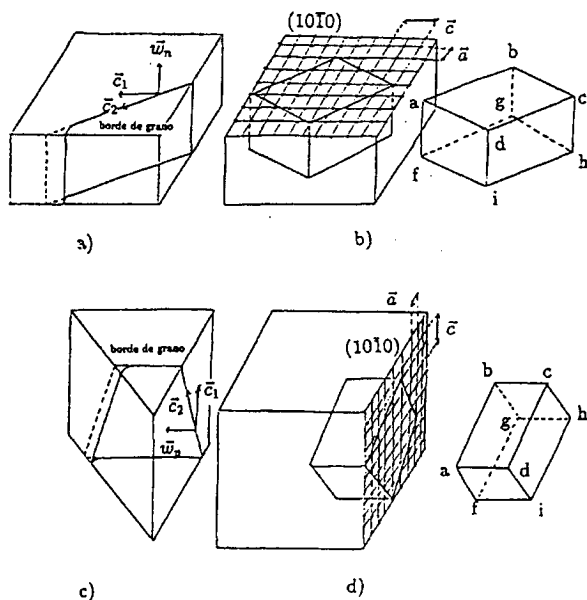


Fig. 2: Bicristal con desorientación cristalina $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 20^\circ$. a) y c) Ubicación de los ejes c y el borde de grano tipo Tilt y Twist respectivamente. b) y d) Ubicación del plano $(10\bar{1}0)$ y la celda CLS en el bicristal tipo Tilt y Twist respectivamente.

IV. DISCUSION Y CONCLUSIONES

Los bordes de grano al migrar pueden, dependiendo de su inclinación, pasar por planos de alta densidad de la red de sitios de coincidencia. De acuerdo con Hodoh e Higashi⁹, la velocidad de migración de un borde de grano podría disminuir si el mismo pasa por uno de estos planos.

En nuestro caso, el borde de grano tipo Tilt correspondiente a la desorientación $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 45^\circ$ migró más rápido que el borde tipo Twist. En la Fig.1 podemos observar para los dos bicristales estudiados de este grupo, la disposición del plano $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ para uno de los cristales y la orientación geométrica de la celda volumétrica de la red de sitios de coincidencia. Analizando la figura se puede observar que el borde de grano del bicristal de tipo Tilt no coincidió, antes y durante el movimiento, con un plano de alta densidad.

El borde de grano del bicristal Twist, sin embargo, se ubicó, en la etapa de crecimiento, en el plano -adhg- (ver Fig.1d) que es un plano de alta densidad de sitios de coincidencia y simetría. Además, durante el movimiento, pasó por planos densos como el -dhf-. Esto último se reflejó en el facetamiento del borde de grano.

Los bicristales con desorientación $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 20^\circ$ se caracterizaron por tener mayor velocidad de mi-

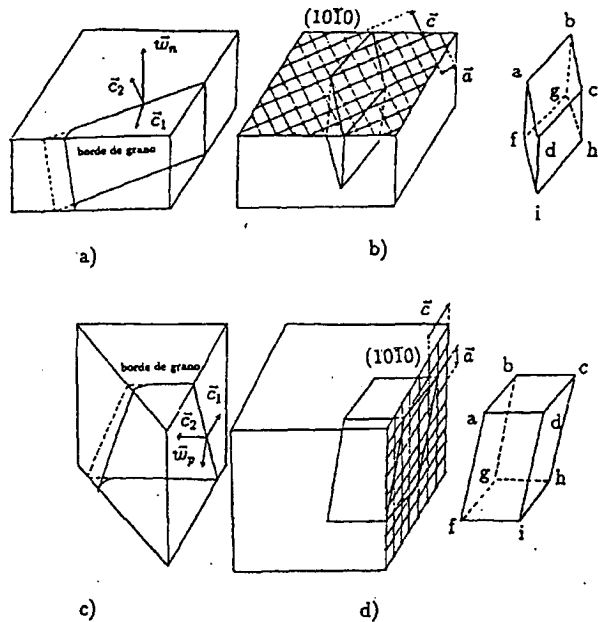


Fig. 1: Bicristal con desorientación cristalina $\langle 10\bar{1}0 \rangle / 45^\circ$. a) y c) Ubicación de los ejes c y el borde de grano tipo Tilt y Twist respectivamente. b) y d) Ubicación del plano $(10\bar{1}0)$ y la celda CLS en el bicristal tipo Tilt y Twist respectivamente.

gración en la configuración Twist. En la Figura 2 se presentan los bicristales de tipo Tilt y Twist para esta desorientación al igual que en la figura 1. En este caso, los bordes de tipo Tilt se orientaron inicialmente en el plano -cdih- (ver Fig.2b), que es un plano de simetría y de alta densidad de sitios de coincidencia, mientras los bordes de tipo Twist no coincidió, antes y durante el movimiento, con planos densos.

De esta manera nuestros resultados concuerdan con los de Hondoh e Higashi. Se concluye, así, que la velocidad de migración de los bordes de grano de hielo puede explicarse satisfactoriamente con la teoría de la red de sitios de coincidencia.

REFERENCIAS

1. D.Ross, J. Glaciology, vol 6, pag 411 (1966).
2. N. Azuma y A. Higashi, J. Phys. Chem., vol 87, pag. 4060 (1983).
3. H. G. Jellinek y V. K. Gouda, Phys Stat. Sol., vol 31, pag 413 (1969).
4. L. Levi y E. Ceppi, Il Nuovo Cimento, 5c, vol 4, pag 445 (1982).
5. E. M. Achával, O. B. Nasello y E. Ceppi J. de Physique, vol 48, Colloq. C1, pag. 283 (suppl.3) (1987).
6. R. C. Sun y C. L. Bauner, Acta Metallurgica, vol 6, pag. 635 (1970).
7. O. Nasello, C. L. Di Prinzio y L. Levi, Physics and Chemistry of ice. Sapporo. pag. 206. (1992).
8. C. L. Di Prinzio, O. Nasello, y E. Ceppi, Anales AFA Vol 1 pag. 211 (1989).
9. T. Hondoh y A. Higashi, Phil. Magazine A, vol 31, N2 (1979).
10. B.S. Bokstein, C. V. Kopezky, L. S. Shvindlerman, "Metallurgica", Moscow, pag. 224. (1986).
11. K. Higuchi. J. Glaciol. vol 3, pag. 131 (1957).

CEILAP
CITEFA CONICET
ZUFRIATEGUI Y VARELA
1603 VILLA MARTELLI
REPUBLICA ARGENTINA