

# NAPJATOSTNÍ ANALÝZA DVOJČATNÝCH LAMEL V KALCITU S VYUŽITÍM OIM (EBSD)

Calcite twinning lamellae stress analysis using OIM (EBSD) data

Jiří Rez<sup>1</sup>, Rostislav Melichar<sup>1</sup>, Peter Pölt<sup>2</sup>, Stefan Mitsuše<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Ústav geologických věd PřF MU, Kotlářská 2, 611 37, Brno; e-mail: [dobcina@post.cz](mailto:dobcina@post.cz)

<sup>2</sup> Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie, Centrum für Elektronenmikroskopie Graz, Steyrergasse 17, A-8010 Graz, Austria

**Key words:** stress inversion, calcite, twinning, EBSD

## Abstract

In the second half of the 20<sup>th</sup> century a lot of paleostress estimation methods based on calcite twinning has been developed. Even though one can get required data on an Universal stage, Orientation Imaging Microscopy (OIM) using Electron Backscatter Diffraction (EBSD) provides much precise data. A new computer program has been developed for stress analysis of calcite twin lamellae, including most of the methods common in the literature, and processing *U*-stage and EBSD data as well. Combination of precise calcite lattice orientation measurements (EBSD) and numerical methods of paleostress analysis make calcite a very useful tool for evaluating deformation pathways in sedimentary complexes.

## Úvod

Deformační charakter dvojčatných lamel v kalcitu a jejich krystalografická zákonitost byly objeveny již v devatenáctém století (např. Mügge, 1883). Ke dvojčatění dochází na ploše  $e$   $\{10\bar{1}4\}$  v kladném směru  $\langle 40\bar{4}1 \rangle$  (směrem k ose  $c$ ). Mřížka kalcitu dále obsahuje několik hlavních krystalograficky daných kluzných systémů:  $r^{\pm}$   $\{10\bar{1}4\}\langle 2021 \rangle$ ,  $f^{\pm}$   $\{1012\}\langle 10\bar{1}0 \rangle$ , kde je pohyb možný v obou směrech a bazální systém  $c$   $\{0001\}\langle 1\bar{2}\bar{1}0 \rangle$ , kde je smysl kluzu nejasný (např. DeBresser – Spiers, 1996; viz obr. 1). Aktivita všech systémů je závislá na teplotě deformace a diferenciálním napětí (obr. 2). Ke zdvojčatění kalcitu dochází za nižších diferenciálních napětí a teplot než nastává aktivace kluzných systémů. Dvojčatění kalcitu lze s úspěchem použít při napjatostní a deformační analýze málo deformovaných (do 15%) a nízcce metamorfovaných sedimentárních komplexů obsahujících biodetritické nebo sparitické vápence nebo kalcitové žíly. Aplikace na mramory je omezená, tuto metodu lze užít pouze pro nízkoteplotní, pometamorfní deformační eventy, protože při metamorfóze je dvojčatění minoritním deformačním mechanismem.

## Získávání dat

Pro potřeby dostupných paleonapjatostních a deformačních metod je třeba získat následující údaje. Nejdůležitější je orientace osy  $c$  a jedné až tří dvojčatných lamel. Pro zrna, která nemají vyvinuty všechny tři systémy dvojčatných lamel, a takových je většina, je potřeba orientaci těchto nezdvojčatělých systémů dopočítat, protože tyto neaktivované systémy značně omezují možná řešení paleonapjatostních metod a tím je zpřesňují. Dalším měřeným údajem je velikost zrna  $d$ , což je průměr kružnice o stejné ploše jako měřené zrnko. Tento údaj je velmi důležitý, protože dvojčatění kalcitu je silně závislé na velikosti zrna. Větší zrna dvojčatí snadněji než malá vzhledem k větší akumulaci napětí na hranicích větších

zrn a snadnějšímu prokluzu podél hranic zrn menších (Schmid – Paterson, 1977; Rowe – Rutter, 1990). V neposlední řadě je potřeba změřit také průměrnou tloušťku (mm) a hustotu dvojčatných lamel (počet lamel na jeden mm).

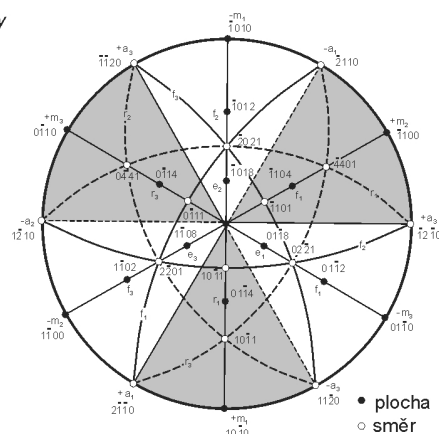
Tradiční metodou získávání výše uvedených dat je měření na Fjodorovově univerzálním stolku. Tato metoda je sice velmi levná a tím, že nevyžaduje speciálně upravené vzorky, také snadno přístupná, ale má mnohá úskalí. Největší nevýhodou je značná subjektivita měření orientace osy  $c$  a dvojčatných lamel a s tím spojená i relativně velká chyba měření. Dalším problémem je měření tloušťky lamel, a zvláště tenčích než 1 mm. Podle Groshonga (1972) může být měření tloušťky těchto tzv. mikrolamel nadhodnoceno až o 50 %, a to v důsledku optických jevů na hranicích lamel.

## dvojčatné systémy

$e^{\pm}$   $\{10\bar{1}8\}\langle 40\bar{4}1 \rangle$   
 $r^{\pm}$   $\{10\bar{1}4\}\langle 2021 \rangle$   
 $f^{\pm}$   $\{1012\}\langle 1011 \rangle$

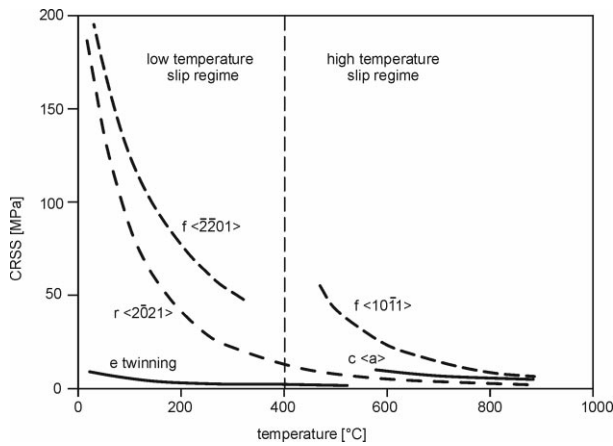
## kluzné systémy

$r^{\pm}$   $\{10\bar{1}4\}\langle 2021 \rangle$   
 $r^{\pm}$   $\{10\bar{1}4\}\langle 1\bar{2}\bar{1}0 \rangle$   
 $r^{\pm}$   $\{1014\}\langle 2021 \rangle$   
 $f^{\pm}$   $\{1012\}\langle 2201 \rangle$   
 $f^{\pm}$   $\{1012\}\langle 1011 \rangle$   
 $f^{\pm}$   $\{1012\}\langle 2\bar{2}01 \rangle$   
 $f^{\pm}$   $\{1012\}\langle 2201 \rangle$   
 $c$   $\{0001\}\langle 1\bar{2}\bar{1}0 \rangle$   
 $a$   $\{1\bar{2}\bar{1}0\}\langle 2021 \rangle$   
 $m$   $\{1010\}\langle 1\bar{2}\bar{1}0 \rangle$



Obr. 1 – Dvojčatné a kluzné systémy v kalcitu, Stereografická projekce, horní polokoule (Bestmann – Prior, 2003).

Fig. 1 – Twinning and glide systems in calcite. Stereographic projection, upper hemisphere (Bestmann – Prior, 2003).



Obr. 2 – Teplotní závislost kritických střížných napětí (CRSS) hlavních kluzných a dvojčatných systémů kalcitu při rychlosti deformace  $2 \times 10^{-4} - 2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  (De Bresser – Spiers, 1997).

Fig. 2 – Temperature dependence of main glide and twinning systems for strain rates  $2 \times 10^{-4} - 2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  (De Bresser – Spiers, 1997).

Chyby při získávání dat měřených na Fjodorovově univerzálním stolku lze výrazně potlačit užitím SEM ve zpětně odražených elektronech (EBSD). Princip a některé možnosti využití této metody zmiňuje Prior et al. (1999). Měřením v EBSD lze získat orientaci mřížky hostitelského zrna i dvojčatných lamel. Údaje o tloušťkách a hustotách lamel lze získat numerickým zpracováním profilů měření s dostatečně malým krokem vedených napříč lamelami. Tento postup je nahrazován tzv. OIM (orientation imaging microscopy) automatizovaným měřením v hexagonální síti bodů s dostatečně malým krokem (alespoň 0,6 mm). Síť změřených bodů je prezentována jako bitmapa, kde každý pixel představuje jedno měření orientace mřížky kódované

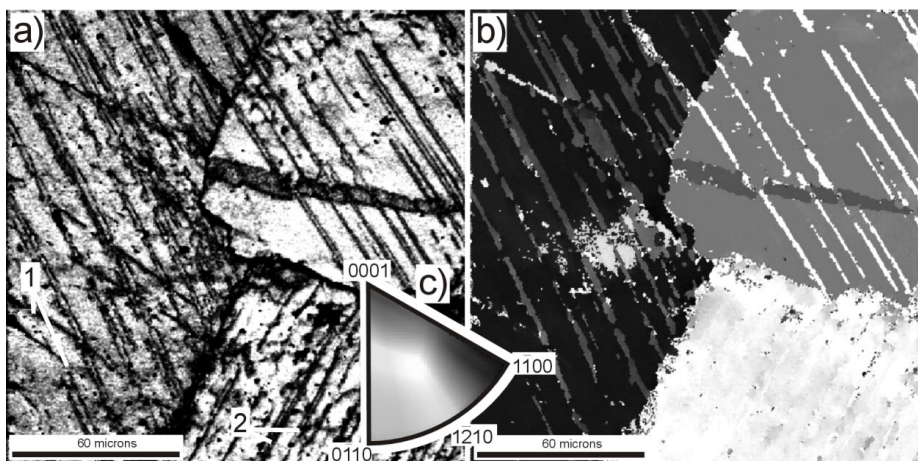
barvou (obr. 3). Soubor naměřených dat, tj. souřadnice bodu v bitmapě a Eulerovy úhly orientace mřížky lze zpracovat numericky a získat veškerá potřebná data zcela automatizovaně bez subjektivních vlivů. Největší nevýhodou OIM je vysoká časová náročnost. Jedno měření orientace kalcitu trvá přibližně 0,5 s, takže pokrytí  $0,03 \text{ mm}^2$  plochy hustou sítí měření při kroku 0,6 mm dává 83 000 měření a tedy asi 12 hodin měření. Abychom odstranili tuto zjevnou nevýhodu, pokusili jsme se užít několik profilů měření s krokem 0,6 mm vedených v pravoúhlé síti s velikostí oka 1 mm (nebo i jiné v závislosti na zrnitosti vzorku). Tímto způsobem bylo možno získat statisticky rovnocenná data z mnohem větší oblasti vzorku ( $1,4 \times 0,4 \text{ cm}$ ), v čase, který je srovnatelný s dobou měření jednoho výbrusu na Fjodorovově univerzálním stolku.

### Metody napjatostní analýzy kalcitu

Analýzou orientace plochy a translačního vektoru dvojčatění lze vybrat soubor všech možných napjatostních stavů, které mohly vést ke dvojčatění. Pro homogenní soubor dat jedné deformační fáze lze inverzními metodami aplikovanými na statistické množství zrn (minimálně 50 – Turner, 1953, Jamison – Spang, 1976) najít nejhodnější tenzor napjatosti.

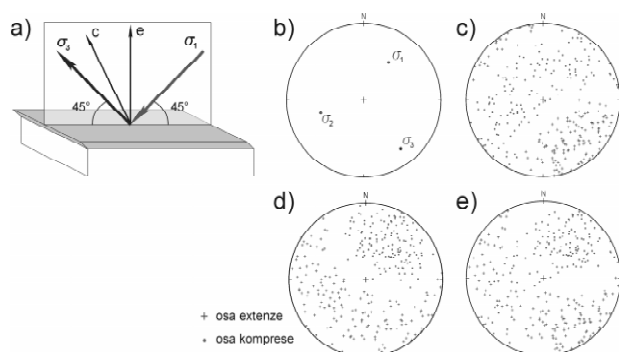
Veškeré dostupné metody mají některé společné předpoklady podmínek deformace: 1. deformace je homogenní, alespoň v měřítku vzorku, 2. deformace je koaxiální, nedošlo tedy k reorientaci kalcitových zrn, 3. náhodná orientace kalcitových zrn, 4. malá celková deformace 5–8%, maximálně 15%.

Nejstarší metodou napjatostní analýzy kalcitu je TDA (Turnerova dynamická analýza, Turner, 1953). Tato metoda předpokládá, že osa  $c$ , normála k dvojčatné lamelle  $e$ , směr kompresního i extenzního napětí leží v jedné rovině, která je paralelní s translačním vektorem dvojčatění a kolmá na plochu  $e$  (obr. 4a). Osy komprese a extenze jsou v této



Obr. 3 – Mapa orientačních kontrastů (OC, a) a mapa orientace (b) včetně schématu barevného kódování mapy orientace (c) vzorku žilného kalcitu z lomu Mokrá-Horákov (foto Pölt – Mitsche). Ve všech zrnech jsou jasně patrné dvojčatné lamely. Linie označené 1 jsou štěpné plochy, protože se v mapě orientace neprojevují; lamely označené 2 v obrázku b sice zanikly, ale v barevném originálu mapy orientace jsou jasně patrné.

Fig. 3 – An orientation contrast map (OC, a) and an orientation map (b) with the orientation key (c) of a sample from Mokrá-Horákov quarry (photo by Pölt – Mitsche). All grains contain twin lamellae. Lines indexed 1 are cleavage planes because they show no misorientation in the orientation map; although twin lamellae indexed 2 aren't visible in figure b, they are visible in the color original.



Obr. 4 – a) Princip metody TDA (Turnerova dynamická analýza), hlavní napětí, osa  $c$  a normála dvojčatné plochy leží v jedné rovině; b) orientace tenzoru napjatosti aplikovaného na testovací soubor dat; c) řešení TDA pro  $f = 1$ ; d) řešení TDA pro  $f = 0$ ; e) řešení TDA pro  $f = 0,5$ . Diagramy b,c,d,e jsou přímé grafické výstupy programu TWINCALC (viz dále).

Fig. 4 – a) the principle of TDA (Turner dynamic analysis), normal stresses,  $c$  axis and the normal to the twin plane are coplanar; b) orientation of the stress tensor applied to a testing data set; c) the solution of TDA when  $f = 1$ ; d) the solution of TDA when  $f = 0$ ; e) the solution of TDA when  $f = 0,5$ . All figures are direct output of TWINCALC, the authors' computer program.

rovině orientovány pod úhlem  $45^\circ$  k normále dvojčatné plochy, tj. „nejvýhodněji“ z hlediska velikosti střížného napětí. Osy komprese a extenze každého systému lamel se statisticky zpracují. Touto metodou lze odhadnout směry hlavních normálových napětí. Pro polyfázové soubory je tato metoda zcela nevhodná.

V poslední třetině 20. století se objevily dvě experimentálně kalibrované metody k určení velikosti diferenciálního napětí ze vztahů průměrné mocnosti lamel, hustoty lamel. Metoda Jamisona a Spanga (1976) byla kalibrována na mramorech experimentálně deformovaných za pokojových teplot, proto je vhodnější pro horniny s nízkou teplotou deformace ( $<200^\circ\text{C}$ , Ferrill, 1998), kdežto metoda Rowa a Ruttera (1990) byla kalibrována na laboratorně deformovaných mramorech za teplot  $300\text{--}800^\circ\text{C}$  a je tedy mnohem vhodnější pro oblasti v vyšší teplotou deformace ( $>200^\circ\text{C}$ , Ferrill, 1998). Největší nevýhodou obou metod a vlastně všech inverzních metod založených na dvojčatění kalcitu je stanovení hodnoty kritického střížného napětí (CRSS) potřebného k aktivaci dvojčatného systému. Již Turner (1953) použil hodnotu 10 MPa s tím, že tato hodnota není závislá na normálovém napětí. Věrohodnost těchto údajů byla dlouho diskutována a experimentálně ověřována a v současné době je považována za správnou (např. De Bresser – Spiers, 1997; Ferrill, 1998).

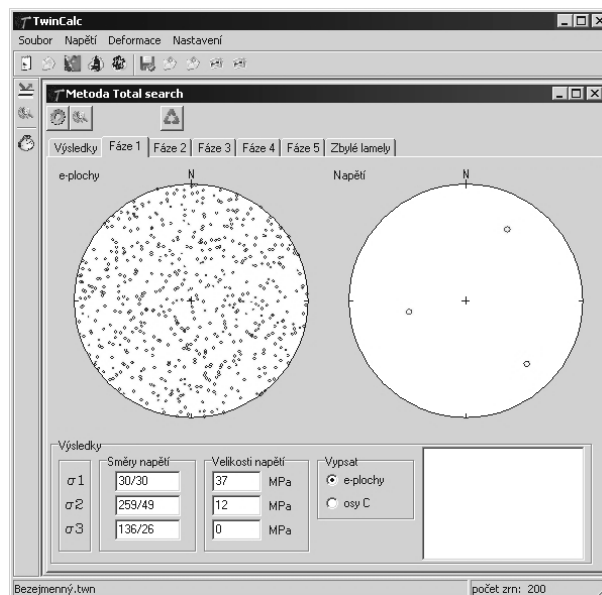
Kompletní tenzor napjatosti lze v současné době získat nejlépe metodou „total search“ (úplné prohledání). Jedná se o modifikaci Angelierovy metody (1984) autorů Lacombe a Laurenta (např. 1996). Princip metody je aplikace náhodně zvolených (asi 1000) redukovaných tenzorů napjatosti na data obsahujících jak zdvojčatené tak i nez dvojčatené dvojčatné systémy. Každému tenzoru je vypočtena penalizační funkce  $f$ , sumy rozdílů  $\tau_i$ , střížných

napětí podél dvojčatných ploch, a  $\tau_s$ , minimálního střížného napětí aplikovaného na plochy dvojčatění. Je vybrán redukovaný tenzor napjatosti s nejnižší penalizační funkcí a provádí se detailní prohledávání okolí tenzoru. Výsledkem je tzv. „best fit“ tenzor a z něj je vypočten kompletní tenzor napjatosti (Lacombe a Laurent, 1996; Laurent, Kern, Lacombe, 2000). Čím více tenzorů je posouzeno, tím více se eliminuje chyba této metody. Při nedostatečném množství testovaných tenzorů se může stát, že „best fit“ tenzor netrefíme. Tuto nevýhodu lze do značné míry eliminovat systematickým prohledáváním veškerých možných směrů hlavních normálových napětí a tvarových parametrů. Další inovací je systematické prohledávání velikostí diferenciálních napětí namísto použití redukovaných tenzorů napjatosti a penalizační funkce.

#### Nástroj pro napjatostní a deformační analýzu kalcitu

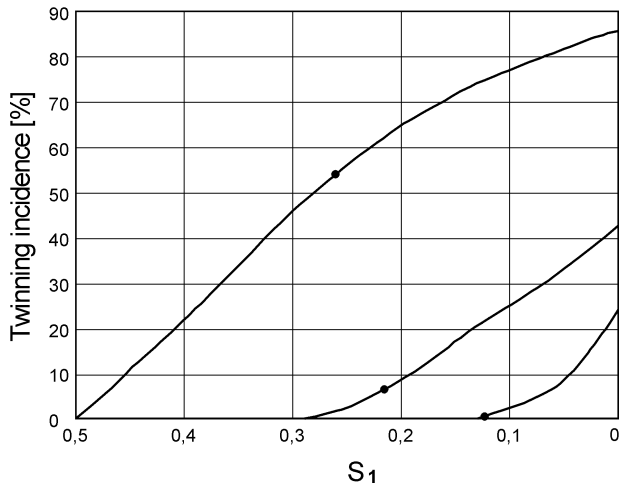
Numerické zpracování souborů dat a jejich vyhodnocování je bez použití výpočetní techniky zcela nemožné, avšak software, který by poskytoval komplexní analýzu dat dvojčatění kalcitu, není v současné době k dispozici. Z tohoto důvodu současné době autoři článku vyvíjejí počítačový program ke zpracování souborů naměřených dat a jejich paleonapjatostní a deformační analýzu.

Pomocí první verze programu TWINCALC lze implementovat data naměřená na Fjodorovově univerzálním stolku, včetně korekcí na anizotropii indexů lomu v kalcitu



Obr. 5 – Ukázka výsledku metody „total search“. Každá deformační fáze se zobrazí jako bodové diagramy pólů dvojčatných lamel homogenní fáze a orientace zjištěného tenzoru napjatosti. Vyseparované soubory v textovém formátu lze samostatně ukládat pro další statistické vyhodnocení.

Fig. 5 – An example of a solution of the „total search“ method. Each deformation phase is presented as a point plot of normals of twin planes and a stress tensor orientation plot. Each phase can be saved as a text file separately for further statistical analysis.



Obr. 6 – Výsledný graf pro metodu Jamisona a Spanga (1976) s vynesnými výsledky. Graf je přímým výstupem programu TWINCALC.

Fig. 6 – A Jamison and Spang graph with some data plot. This figure is a direct output of the TWINCALC.

a na rozdílné indexy lomu použitých segmentů a kalcitu. V rámci zadané tolerance jsou selektována chybná měření, případně záměny některého dvojčatného systému se štěpností. Vedle vstupu Fjodorovských dat je umožněna též implementace dat z EBSD. Generování souborů vzorových dat, všesměrně či přednostně orientovaných, jejich numerické deformování libovolným tenzorem

napjatosti, a to i polyfázově, jsou nezbytnými součástmi programu. Program tedy poskytuje širokou škálu vstupních dat pro aplikaci metod napjatostní analýzy.

Vstupní data lze zpracovávat všemi výše popsanými metodami kromě metody Rowa a Ruttera (1990). Velmi účinným nástrojem je metoda „total search“. Parametry hledání i detailního hledání lze podle potřeby zadat libovolně, je však třeba uvážit časovou náročnost výpočtů. Není například příliš vhodné zadat krok hledání směřů hlavních napětí menší než  $10^\circ$ . Produktem procedury jsou vyhovující tenzory napjatosti pro jednotlivé homogenní fáze (obr. 5). Orientaci těchto tenzorů a dat příslušného homogenního souboru lze zobrazit v grafické podobě jako bodové diagramy. S reálnými daty lze programem vyseparovat až 5 deformačních fází.

Výstupem programu jsou jak textové soubory dat, ať již generované soubory nebo soubory os napětí TDA aj., které se mohou dále statisticky zpracovávat, ale hlavně bodové diagramy a grafy ve vektorovém formátu \*.emf nebo jako rastr \*.bmp ve vysoké kvalitě (obr. 4 a 6).

Z předešlého textu vyplývá, že napjatostní analýza dvojčatných lamel kalcitu je velmi užitečným zpřesněním klasických metod. Bezesporu největší výhodou těchto metod je, že poskytují relevantní data i v málo odkrytých terénech. A i když jsou metody napjatostní analýzy kalcitu poměrně staré, nástup výpočetní techniky z nich učinil nejen rovnocenné ostatním metodám, ale v současné době jsou v kombinaci s velmi přesnými metodami měření orientace (OIM) s to tradiční metody dalece překonat.

*Práce byla podpořena grantem FRVŠ 1540/2005 a z části MSM0021622412.*

#### Literatura:

- Angelier, J. (1984): Tectonic analysis of fault slip data sets. – *J. Geophys. Res.*, 89, B7, 5835–5848.
- Bestmann, M. – Prior, D.J. (2003): Intragranular dynamic recrystallization in naturally deformed calcite marble: diffusion accommodated grain boundary sliding as a result of subgrain rotation recrystallization. – *J. Struct. Geol.*, 25, 1597–1613.
- De Bresser, J.H.P. – Spiers, C.J. (1997): Strength characteristics of the r, f and c slip systems in calcite. – *Tectonophysics*, 272, 1–23.
- Ferrill, D.A. (1998): Critical re-evaluation of differential stress estimates from calcite twins in coarse-grained limestone. – *Tectonophysics*, 285, 77–86.
- Groshong, R.H. (1972): Strain calculated from twinning in calcite. – *Bull. Geol. Soc. Am.*, 82, 2025–2038.
- Jamison, W.R. – Spang, J.H. (1976): Use of calcite twin lamellae to infer differential stress. – *Bull. Geol. Soc. Am.*, 87, 868–872.
- Lacombe, O. – Laurent, P. (1996): Determination of deviatoric stress tensors based on inversion of calcite twin data from experimentally deformed monophase samples: preliminary results. – *Tectonophysics* 255, 189–202.
- Laurent, Ph. – Kern, H. – Lacombe O. (2000): Determination of deviatoric stress tensors based on inversion of calcite twin data from experimentally deformed monophase samples. Part II. Axial and triaxial stress estimates. – *Tectonophysics*, 327, 131–148.
- Mügge, O. (1883): Beiträge zur Kenntnis der Strukturflächen des Kalkspathes. – *Neues Jb. Miner.*, 1, 32–54.
- Prior, D.J. et al. (1999): The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM to textural problems in rocks. – *American Mineralogist*, 84, 1741–1759.
- Rowe, K.J. – Rutter, E.H. (1990): Paleostress estimation using calcite twinning: experimental calibration and application to nature. – *J. Struct. Geol.*, 12, 1–17.
- Schmid, S.M. – Paterson, M.S. (1977): Strain analysis in an experimentally deformed oolitic limestone – In: Saxena. K. – Battacharji, S.: *Energetics of Geological Processes*, Springer-Verlag, , 67–93. New York.
- Turner, F.J. (1953): Nature and dynamic interpretation of deformation lamellae in calcite of three marbles. – *Am. J. Sci.*, 251, 276–298.