

Diss. ETH Nr.13220

**Shear Deformation of Calcite Rocks.
Rheology and Microfabric Evolution of Carrara Marble
under Dynamic Recrystallization during Torsion Experiments.**

zur Erlangung des Titels

DOKTOR DER NATURWISSENSCHAFTEN

der

EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE ZÜRICH

vorgelegt von

Marco Pieri

Laurea in Scienze Geologiche, Università' di Firenze

geboren am 24. Oktober 1969

von Italien

angenommen auf Antrag von:

Prof. Dr. Jean-Pierre Burg	ETH Zürich	Referent
Dr. David L. Olgaard	Exxon Production Research Company	1. Korreferent
Dr. Karsten Kunze	ETH Zürich	2. Korreferent
Prof. Dr. Stefan M. Schmid	Universität Basel	3. Korreferent

1999

Abstract

This study investigated the rheological and microfabric evolution in calcite rocks deformed to large shear strains. It was aimed at understanding how a steady state will be established in both mechanical and microstructural behavior, and how dynamic recrystallization and lattice preferred orientation (LPO) development result in strain softening.

Carrara marble was chosen for this experimental study to extend to large shear strain previous knowledge obtained from coaxial deformation tests. Torsion experiments were performed on cylindrical specimens of Carrara marble at constant twist rates. The experiments were run at a constant shear strain rate of $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ at the sample outer radius and at constant temperatures of 1000 K and 1200 K up to shear strains $\gamma = 11$. For the initial grain size of 200 μm , these conditions are within the dislocation creep regime. Two series of runs were performed to a maximum shear strain γ of 1, 2, 5 and 11 (1000 K) and 1, 4.5, 6.5, 8.5 (1200 K).

Substantial changes in both rheology and microstructure were observed as the marbles deformed. A peak stress of 65 MPa (1000 K) and of 23 MPa (1200 K) was reached which was followed by moderate strain weakening for larger shear strains in each case. Strain weakening was associated with the development of a strong lattice preferred orientation (LPO) and with incipient dynamic recrystallization to a finer grain size. An apparent steady state flow stress was obtained for $\gamma > 2$ (1000 K) and $\gamma > 1$ (1200 K). The stress exponent in the flow law was evaluated from strain rate stepping tests at various amounts of finite strain. At 1000 K, the stress exponent decreased with strain from 10 ($\gamma = 1$) to 6 ($\gamma = 9$). At 1200 K, the stress exponent remained around 10 between $\gamma = 1$ and $\gamma = 5$.

At low strains, the microstructural evolution differed for 1000 K and 1200 K, but it seemed to converge for high shear strains. At 1000 K, grains started to deform homogeneously and produced a shape fabric consistent with the macroscopic shearing. At higher strains ($\gamma = 2$), grains recrystallized by subgrain rotation forming clusters of grains (5 μm to 50 μm) with similar lattice orientation and an oblique shape preferred orientation (SPO). At 1200 K, grain shape was rapidly modified by grain boundary migration that was competitive with the development of a SPO. At $\gamma = 5$ and above, pervasive grain size reduction (20-30 μm) by dynamic recrystallization occurred. At both temperatures, the oblique SPO in the recrystallized matrix indicated the sense of shear. At the maximum shear strains of $\gamma = 11$ (1000 K) and $\gamma = 8.5$ (1200 K) the specimens had almost completely recrystallized.

The LPO of the samples were determined by automated electron backscatter diffraction (EBSD). For both temperatures, the LPO evolved from a nearly isotropic starting material through a transient oblique deformation texture to a very sharp and symmetric

single orientation component with $r\{10-14\}$ parallel to the shear plane and $a\langle-12-10\rangle$ parallel to the shear direction.

Numerical simulations using the self-consistent plasticity model, which take into consideration the effect of dynamic recrystallization, were applied. The numerical simulation reproduced the experimental deformation texture well. Good agreement between the measured recrystallization texture and numerical simulation was obtained if the $r\{10-14\} a\langle-12-10\rangle$ slip system was proposed as an additional slip system. This slip system is also present in dolomite and may be active in calcite at high temperature.

The results of this study show that a coarse grained calcite rock initially deforming by dislocation creep may recrystallize to a finer grain size that lies within the grain size sensitive field. In such a situation, both dislocation creep and grain boundary sliding occur simultaneously. The observed weakening is reasonably understood by a reduced flow stress due to dynamic recrystallization to a finer grain size. Though a mechanical steady state is reached at γ less than 2, it takes much larger shear strains than previously expected before a microstructural steady state is established.

It is concluded that in dry and pure calcite rocks the strain softening is limited which can arise from grain size reduction due solely to dynamic recrystallization. The stabilization of a very fine grain size by second phase particles, the introduction of a fluid phase that can cause hydrolytic weakening or geometric softening due to alignment of soft mineral orientations and phases may be more effective mechanisms to cause strain weakening and thus shear localization.

Kurzfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Entwicklung der Rheologie und der Mikrogefüge in Kalzitgestein während der Deformation zu grossen Scherbeträgen untersucht. Es sollte ein Verständnis dafür gesucht werden, wie sich ein stationärer Zustand bezüglich des mechanischen als auch des mikrostrukturellen Verhaltens einstellt, und wie dynamische Rekristallisation und die Bildung von kristallographischen Vorzugsorientierungen (Texturen) zu einer Entfestigung führen.

Diese experimentelle Studie wurde an Carrara Marmor durchgeführt, um bisherige Kenntnisse von koaxialen Verformungsversuchen auf grosse Scherbeträge zu erweitern. In Torsionsexperimenten wurden zylindrische Proben aus Carrara Marmor unter konstanten Drehgeschwindigkeiten verformt. Die Versuche verliefen unter konstanten Scherraten von $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ am äusseren Probendurchmesser und unter konstanten Temperaturen von 1000 K und 1200 K bis zu Scherungen $\gamma = 11$. Für die Ausgangskorngrösse von 200 μm liegen diese Bedingungen im Bereich des Versetzungskriechens. Zwei Versuchsreihen wurden durchgeführt, wobei maximale Scherbeträge γ von 1, 2, 5 and 11 (1000 K) und 1, 4.5, 6.5, 8.5 (1200 K) am äusseren Zylindermantel erreicht wurden.

Es wurden wesentliche Veränderungen in der Rheologie und der Mikrostruktur des Marmor mit fortschreitender Verformung beobachtet. Eine maximale Fliessspannung von 65 MPa (1000 K) beziehungsweise 23 MPa (1200 K) wurde erreicht, worauf eine mässige Entfestigung mit grösseren Scherbeträgen folgte. Die Entfestigung ging mit der Bildung einer starken Textur und mit dynamischer Rekristallisation zu einem feineren Korn einher. Eine scheinbar stationäre Fliessspannung stellte sich für $\gamma > 2$ (1000 K) und $\gamma > 1$ (1200 K) ein. Der Spannungsexponent im Fliessgesetz wurde aus Versuchen unter schrittweise variierten Scherraten bei verschiedenen endlichen Scherbeträgen ermittelt. Bei 1000 K verringerte sich der Spannungsexponent von 10 ($\gamma = 1$) auf 6 ($\gamma = 9$). Bei 1200 K blieb der Spannungsexponent etwa bei 10 im Bereich von $\gamma = 1$ bis $\gamma = 5$.

Während die mikrostrukturellen Veränderungen bei geringen Scherungen für 1000 K und 1200 K unterschiedlich abliefen, schienen sie sich für grosse Scherbeträge einander anzunähern. Bei 1000 K verformte sich das Korn zunächst homogen, und erzeugte ein schräges Kornformgefüge entsprechend der makroskopischen Scherung. Mit zunehmender Scherung ($\gamma = 2$) rekristallisierte das Gefüge durch Subkorn-Rotation, wobei sich Domänen von Körnern in Grössen von 5 μm bis 50 μm mit ähnlichen Kristallorientierungen und einem steilen Schräggefüge bildeten. Bei 1200 K wurde die Kornform sehr rasch durch Korngrenzwanderung überprägt, was der Bildung einer bevorzugten Ausrichtung entgegenwirkte. Für $\gamma = 5$ und darüber verringerte sich die Korngrösse durchgängig auf 20-30 μm durch dynamische Rekristallisation. Das

Schräggefüge in der rekristallisierten Matrix gab für beide Temperaturen den Schersinn an. Mit den grössten erreichten Scherbeträgen von $\gamma = 11$ (1000 K) und $\gamma = 8.5$ (1200 K) waren die Proben nahezu vollständig rekristallisiert.

Die Textur der Proben wurde mittels automatisierter Elektronenrückstreubeugung (electron backscatter diffraction, EBSD) bestimmt. Aus dem fast richtungslos gleichverteiltem Ausgangsmaterial entwickelte sich bei beiden Temperaturen zunächst eine nichtstationäre schräge Deformationstextur, welche dann von einer sehr scharfen und symmetrischen Einzelorientierungskomponente mit $r\{10-14\}$ parallel zur Scherebene und $a\langle-12-10\rangle$ parallel zur Scherrichtung überprägt wurde.

Es wurden numerische Simulationen nach einem selbstkonsistenten Plastizitätsmodell angewandt. Die experimentelle Deformationstextur konnte durch die Simulation gut wiedergegeben werden. Eine gute Übereinstimmung zwischen der gemessenen Rekristallisationstextur und den Simulationen konnte erreicht werden, falls das $r\{10-14\}$ $a\langle-12-10\rangle$ Gleitsystem zusätzlich berücksichtigt wird. Dieses Gleitsystem ist auch in Dolomit vorhanden, und könnte in Kalzit unter hohen Temperaturen aktiv sein.

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen, dass ein grobkörniges Kalzitgestein, welches sich zunächst durch Versetzungskriechen verformt, zu einer Korngrösse rekristallieren kann, welche im Bereich des korngrössensensitiven Kriechens liegt. In diesem Fall treten Versetzungskriechen und Korngrenzengleiten gleichzeitig auf. Die beobachtete Entfestigung kann durch eine verringerte Fließspannung aufgrund von dynamischer Rekristallization zu einem feineren Korn befriedigend erklärt werden. Obwohl ein stationärer Zustand aus mechanischer Sicht bereits bei γ bis zu 2 erreicht ist, sind wesentlich grössere Scherbeträge als bisher angenommen erforderlich, bis sich auch eine stationäre Mikrostruktur einstellt.

Es wird der Schluss gezogen, dass eine Entfestigung von trockenem und reinem Kalzit beschränkt ist, welche über eine Korngrössenreduktion ausschliesslich durch dynamische Rekristallization entstehen kann. Die Stabilisierung eines sehr feinen Kornes durch Zweitphasenteilchen, der Eintrag einer fluiden Phase, welche hydolytische Entfestigung hervorruft, oder eine geometrische Entfestigung aufgrund einer bevorzugten Anordnung weicher Kornorientierung und Mineralphasen können wirksamere Mechanismen sein, um Entfestigung und damit Scherlokalisierung hervorzurufen.