Research Paper

Application of Automated Microscopy Equipment for Rock Analog Material Experiments: Static Grain Growth and Simple Shear Deformation Experiments Using Norcamphor

Changsu Ha¹, Sungshil Kim^{2,*}

¹Graduate school of education, Chonnam National University, Gwangju, 61186, Rep. of Korea

²Department of Earth Science Education, College of Education, Chonnam National University, Gwangju, 61186, Rep. of Korea

*Corresponding author : neogeo94@hotmail.com

ARTICLE INFORMATION

Manuscript received 24 March 2021

Received in revised form 13 April 2021

Manuscript accepted 13 April 2021

Available online 28 April 2021

DOI : <http://dx.doi.org/10.9719/EEG.2021.54.2.233>

Research Highlights

- The automated equipment developed in this study represents that experiments can be carried out with rock analog material effectively.
- Image analysis using this automated equipment, such as virtual PPL and composite XPL images, makes microstructures analyzes more appropriately.
- The grain growth experiment using this equipment and the norcamphor show typical grain growth characteristics depending on temperature, and the deformation experiment presents the mechanism was both plastic deformation and the recovery process worked.

ABSTRACT

Many studies on the microstructures in rocks have been conducted using experimental methods with various equipment as well as natural rock studies to see the development of microstructures and understand their mechanisms. Grain boundary migration of mineral aggregates in rocks could cause grain growth or grain size changes during metamorphism or deformation as one of the main recrystallization mechanisms. This study suggests improved ways regarding the analog material experiments with reformed equipment to see sequential observations of these grain boundary migration. It can be more efficient than the existing techniques and carry out an appropriate microstructure analysis. This reformed equipment was implemented to enable optical manipulation by mounting polarizing plates capable of rotating operation on a stereoscopic microscope and a deformation rig capable of experimenting with analog materials. The equipment can automatically control the temperature and strain rate of the deformation rig by microcontrollers and programming and can take digital photomicrographs with constant time intervals during the experiment to observe any microstructure changes. The composite images synthesized using images by rotated polarizing plates enable us to see more accurate grain boundaries. As a rock analog material, norcamphor($C_7H_{10}O$) was used, which has similar birefringence to quartz. Static grain growth and simple shear deformation experiments were performed using the norcamphor to verify the effectiveness of the equipment. The static grain growth experiments showed the characteristics of typical grain growth behavior. The number of grains decreases and the average grain size increases over time. These case experiments also showed a clear difference between the growth curves with three temperature conditions. The result of the simple shear deformation experiment under the medium temperature-low strain rate showed no significant change in the average grain size but presented the increased elongation of grain shapes in the direction of about 53° regarding the direction perpendicular to the shearing direction as the shear strain increases over time. These microstructures are interpreted as both the plastic deformation and the internal recovery process in grains are balanced by the deformation under the given experimental conditions. These experiments using the reformed equipment represent the ability to sequentially observe changing the microstructure during experiments as desired in the tests with the analog material during the entire process.

Keywords : rock analog material, norcamphor, microstructure, static grain growth, simple shear deformation

Citation: Ha, C., Kim, S. (2021) Application of Automated Microscopy Equipment for Rock Analog Material Experiments: Static Grain Growth and Simple Shear Deformation Experiments Using Norcamphor. Korea Economic and Environmental Geology, v.54, p.233-245, doi:10.9719/EEG.2021.54.2.233.

Journal homepage: <http://www.kseeg.org/main.html>

This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided original work is properly cited.
pISSN 1225-7281; eISSN 2288-7962/©2021 The KSEEG. Printed by Hanrimwon Publishing Company. All rights reserved.

연구논문

유사물질 실험을 위한 자동화 현미경 실험 기기의 적용과 노캠퍼를 이용한 입자 성장 및 단순 전단 변형 실험의 예

하창수¹ · 김성실^{2,*}

¹전남대학교 교육대학원 지구과학교육전공

²전남대학교 사범대학 지구과학교육과

*책임저자 : neogeo94@hotmail.com

요 약

암석의 미세구조에 대한 많은 연구는 실제 암석 관찰 뿐만 아니라 다양한 실험 장비를 이용하여 미구조의 발달 과정과 그 메커니즘을 이해하기 위해 수행되어 왔다. 변성이나 변형 작용 중에 입자 성장이나 입도의 변화를 일으킬 수 있는 광물 균집 내 입자 경계 이동 작용은 주요한 재결정작용 메커니즘 중 하나이다. 특히, 변형 과정 중 나타날 수 있는 입자 경계 이동의 연속적 관찰은 암석 유사 실험을 이용하여 수행될 수 있었다. 이번 연구에서는 다양한 실험 방법 중 유사 물질을 이용한 입자 성장 및 변형 실험 방법에 대해 기존 방법을 개량할 수 있는 실험 장비의 개발과 이를 통한 효과적인 미구조 분석 방법을 제시하였다. 개발된 실험 장비는 유사 물질 실험이 가능한 변형 장치와 실제 현미경에 회전 조작이 가능한 편광판들을 장착하여 광학적 조작이 가능하도록 구성되었다. 이들 장치들은 마이크로 컨트롤러를 통해 온도 및 변형 속도 제어 및 실험 동안 관찰되는 미구조 변화를 연속적으로 촬영할 수 있도록 자동화하여 구성되었다. 또한 편광판 회전 조작을 통해 취득되고 합성된 디지털 이미지들은 보다 정확한 입자 경계를 구분하고 분석할 수 있게 해주었다. 실험 결과의 입도 및 형태와 같은 미구조 분석을 위해 선분 교점 측정 방법과 입자 경계 트레이싱 방식을 비교하여 적용하였다. 유사물질로써는 석영과 유사한 광학적 성질을 가지는 노캠퍼(Norcamphor, $C_7H_{10}O$)라는 물질을 사용하였다. 개발된 장비의 실효성을 검증하고자 노캠퍼를 이용한 정적 입자 성장 실험과 단순 전단 변형 실험 및 이에 대한 미구조 분석을 수행하였다. 정적 입자 성장 실험은 시간이 지남에 따라 입자 수의 감소와 입도가 증가하는 전형적인 입자 성장 작용의 특징과 온도에 따른 성장 곡선들의 명확한 차이를 보여주었다. 중온-저변형을 조건으로 단순 전단 변형 실험 결과는 평균 입도의 큰 변화는 없었으나, 입자 형태에 대해 전단 변형이 증가함에 따라 전단력 방향에 수직한 방향에 대해 약 53°의 방향으로 신장률이 증가하는 변화를 보여주었다. 이러한 미구조의 발달과정은 주어진 실험 조건에서 변형에 의해 입자 내부의 소성 변형과 내부 회복 작용이 균형을 이루면서 진행된 것으로 해석된다. 개량화 및 자동화된 실험장치를 이용한 이들 입자 성장 작용 실험 및 변형 실험의 예는 유사물질 실험에서 목적하는 바와 같이 실험 과정 동안의 입자의 미구조 변화과정을 순차적으로 관찰할 수 있고, 전체 수행 과정동안 수동적 조작없이 효율적으로 실험을 진행할 수 있다는 장점을 보여주었다.

주요어 : 암석유사물질, 노캠퍼, 미구조분석, 정적입자성장작용, 단순전단변형작용

1. 서 론

암석 내 입자 경계 이동(grain boundary migration)에 의한 입도의 변화 및 미구조 발달은 변성 작용 동안 나타날 수 있는 중요한 재결정작용 중의 하나이다. 온도와 변형률 등의 주어진 변형 환경 및 조건에 따라 발생하는 동력 재결정작용(dynamic recrystallization) 동안, 암석 내 입자들에서는 소성 변형이 발생한다. 이때 변형된 입자 내부 격자의 뒤틀림은 상대적으로 높은 내부 에너지를 가지게 된다. 동시에 재결정작용 동안 높아진 입자의 내부 변형 에너지를 감소시키기 위해 입자간 경계에서는 입자 경계 이동이 발생하게 된다. 즉, 증가된 내부 에너지를 낮추기 위해 낮은 에너지를 형성할 수 있는 방향으로 입자 경계 이동이 나타나게 되고, 이를 통해 입자 내부의 전체적인 에너지를 줄인다(Urai *et al.*, 1986). 이러한 과정 중에 입자 경계 이동 속도 (또는 경계면 상에서의 물질 확산 속도)가 충분히 빠르지 못하면, 입자 내부의 아입자 경계 및 입자 경계의 발달과 부분적 경계 이동(bulging)을 통해 입도의 감소가 나타날 수 있으며, 이에 따른 변형시 암석 변형 강도 약화와 변형 기작의 변화가 나타날 수 있다(De Bresser *et al.*, 2001; Stipp and Kunze, 2008; Walker *et al.*, 1990). 하지만, 온도와 유체의 영향 등에 의한 입자 경계 이동 속도가 충분히 빠른 조건에서는 입자 경계 이동을 통해 낮은 내부 에너지를

지를 낮추기 위해 낮은 에너지를 형성할 수 있는 방향으로 입자 경계 이동이 나타나게 되고, 이를 통해 입자 내부의 전체적인 에너지를 줄인다(Urai *et al.*, 1986). 이러한 과정 중에 입자 경계 이동 속도 (또는 경계면 상에서의 물질 확산 속도)가 충분히 빠르지 못하면, 입자 내부의 아입자 경계 및 입자 경계의 발달과 부분적 경계 이동(bulging)을 통해 입도의 감소가 나타날 수 있으며, 이에 따른 변형시 암석 변형 강도 약화와 변형 기작의 변화가 나타날 수 있다(De Bresser *et al.*, 2001; Stipp and Kunze, 2008; Walker *et al.*, 1990). 하지만, 온도와 유체의 영향 등에 의한 입자 경계 이동 속도가 충분히 빠른 조건에서는 입자 경계 이동을 통해 낮은 내부 에너지를

가지는 입자들로부터 높은 내부 에너지를 가지는 입자쪽으로의 경계 이동이 주가 되어 나타나게 되며, 결과적으로 입자 내부의 전체적인 에너지를 줄이는 방향으로의 동적 입자 성장(Dynamic grain growth)이 나타난다(Karato, 1989; Kim *et al.*, 1999). 다시 말해, 동력 재결정작용 동안 입자 경계 이동의 원동력은 입자의 내부 에너지에 기인하며, 내부 에너지를 줄이는 기작을 통해 미구조가 발달하게 된다.

열접촉변성작용과 같이 외부 응력에 의한 변형 작용을 동반하지 않는 환경에서는 공급되는 열에너지에 의해 정적 입자 성장(Static grain growth)이 나타날 수 있다. 이때의 주된 기작은 동적 입자 성장 작용과는 달리, 입자 경계간 표면의 자유 에너지가 주요한 원인이 된다(Bons, 1993; Evans *et al.*, 2001; Tullis and Yund, 1982). 즉, 균일한 격자를 가지는 입자의 내부보다 입자간 경계에서는 자유 에너지가 높기 때문에 이런 높은 자유 에너지의 입자 표면적을 줄이기 위해 입자 경계의 이동이 나타나게 되며, 이러한 과정은 결과적으로 입자 성장으로 나타난다.

이러한 입자 경계 이동에 의한 입자 성장 작용이 미구조 발달 및 해석에 영향을 줄 수 있는 다른 예로는 입자 성장 작용에 의해 이전 변형 작용 동안 발달된 미구조의 변화 또는 소거 현상을 볼 수 있다. 이전 변형에 의해 암석 내 미구조가 형성된 후, 후기에 변형의 영향력이 적은 열접촉변성 작용과 같은 과정을 거친다면, 정적 입자 성장 작용에 의해 이전 변형 동안 형성된 특징적 미구조를 변화 또는 제거시킬 수 있다. 이러한 상황에서는 미구조의 형태적 관찰만을 통해 암석의 변형 과정을 해석함에 있어 이전 변형 특징을 인지하지 못하게 할 수 있다(Park *et al.*, 2001).

언급된 바와 같은 입자 경계 이동에 의해 발달될 수 있는 변형암의 미구조 발달 과정과 기작을 이해하기 위해 야외 암석 시료의 관찰을 포함한 여러 연구 및 암석 변형 실험 장비를 이용한 다양한 연구가 진행되어 왔다(De Bresser and Spiers, 1997; Gleason *et al.*, 1993; Hirth and Tullis, 1992; Kawamoto, 1996; Kohlstedt *et al.*, 1995; Rutter, 1995; Stipp and Kunze, 2008). 고온-고압 조건에서의 암석 변형 실험이 가능한 실험 장비 등은 지질학적으로 유사한 환경을 제한적으로 조성하여 실제 암석 내 변형 및 미구조 발달을 이해하고 발달 조건을 해석하는데 많은 이바지를 해왔다. 또한, 일부 구조지질학 분야 및 재료공학 분야에서는 이들 기기적 실험 방법이 갖는 일부 제한점을 보완하고자 광학적/광물학적 유사성을 갖는 화학적 합성 유사물질을 이용하여 미구조 발달 실험을 수행하였고(Bauer *et al.*, 2000a; Bauer *et al.*, 2000b; Bons *et al.*, 1993; Means, 1989; Walte *et al.*, 2005), 또

한 다양한 실험을 통해 도출되는 미구조 발달의 기작을 재구현하기 위해 컴퓨터 시뮬레이션을 이용한 모사 실험도 병행되어 왔다(Bons and Urai, 1992; Frost and Thompson, 1996; Miyake, 1998). 이 중 유사 물질을 이용한 유사 실험을 통한 미구조의 발달 과정에 대한 연구는 비록 실제 광물이나 암석에 기반하지는 않으나, 미구조 발달 과정을 연속적으로 관찰할 수 있는 이점을 가지기 때문에 암석 변형 연구에 대한 기존 연구의 결과 및 해석을 보완하고 이를 통해 좀 더 세부적인 암석 변형 및 미구조 발달과정에 대한 이해를 높였다.

이번 연구에서는 유사 물질을 이용한 입자 성장 및 변형 실험 방법에 대해 기존 방법을 개량할 수 있는 실험 장비의 개발과 이를 통한 효율적인 미구조 분석 방법을 제시하고, 개발된 장비의 실효성을 검증하고자 유사물질을 이용한 정적 입자 성장 실험과 단순 전단 변형 실험을 수행하였으며, 결과에 대한 미구조 분석을 수행하였다. 이러한 개량화 되고 자동화된 장비의 개발은 최종적으로 변형암의 실험 과정에 대한 효율성을 제고하고, 이를 통해 다양한 변형 과정을 이해하는 데 조력할 수 있어 그 학술적 필요성 및 중요성이 있다.

2. 실험 장치 및 실험 방법

이번 연구에서 구현된 자동화 실험 장비는 크게 두 가지 부분으로 구성된다. 1) 유사 물질을 이용한 입자의 성장 또는 입자의 변형실험을 위한 변형 장치 부분과 2) 해당 현미경 이미지를 기록하기 위한 광학장치 부분이다. 첫번째의 변형 장치 부분은 기존의 유사물질 실험에서 자주 적용되는 실험 장치인 우레이-민즈 변형 실험 장치(Urai-Means deformation rig)를 사용하였다(Fig. 1). 이 변형 실험 장치는 실온에서 실험이 용이한 유사물질을 두 개의 유리판 사이에 관찰이 가능한 복굴절률을 가지는 두께로 압착 후 실험 장비에 삽입 뒤, 온도를 변화시키거나 변형 실험을 위해 저속 기어를 이용하여 한 쪽 유리판을 수평적으로 밀어 물질의 변형 조건을 구현할 수 있다. 온도 조절을 위해서는 변형 실험 장치에 열전대(heating cartridge)를 삽입하여 원하는 온도로 조건을 조절할 수 있다. 두번째의 광학장치는 실제 현미경을 개조하여 구현되었다. 기존의 연구 및 실험방법은 주로 편광 현미경(polarizing microscopy)에 변형장치를 장착하여 실험을 진행하였다(Bauer *et al.*, 2000a; Bons *et al.*, 1993; Means, 1989). 유사물질의 특성과 실험 목적에 따라 일반적으로 2~6일 동안 수행되며, 실험이 진행되는 동안 중간 과정의 미구조를 관찰하기 위해 지속적인 이미지 촬영을 요구한다. 예를 들어, 실험에서 사용된 유사물질에

Fig. 1. Uri-Means Rig for rock analog material deformation experiments(Bauer *et al.*, 2000a).

대해 상대적으로 고온의 조건에서 입자 성장 실험을 수행한다면 필요에 따라 짧은 시간(약 20~30분 간격)동안 지속적으로 이미지 촬영을 하여야 한다. 현미경에 장착된 디지털 카메라의 타임랩스 기능(time-laps function)을 이용할 수 있지만, 필요에 따라 편광판의 개방 편광 상태(plane polarizing light condition, PPL)나 직교 편광 상태(cross polarizing light condition, XPL)와 같은 조작이 필요하다면, 실험 동안 지속적으로 일정 간격으로 수동적으로 현미경을 조작하여 현미경 이미지를 취득할 수밖에 없다. 또한, 광학적으로 다른 방향에 대한 간섭색의 상태를 관찰하려면 수동적인 재물대의 회전을 필요로 한다. 이 경우, 미구조 관찰과 분석을 위한 동일 영역의 이미지가 아닌 회전된 다른 방향으로의 이미지가 취득되게 되며, 이러한 이미지는 연속적 관찰을 위해 동일한 관찰 구경으로의 편집이 필요하며, 회전에 따른 관찰 범위의 제한이 발생할 수밖에 없다. 이러한 제한 사항을 극복하기 위해 이번 실험에서는 실제 현미경을 이용하여 하부 편광판(polarizer)과 상부 편광판(analyzer)을 자동적으로 조작할 수 있는 장치를 구현하여 실험에 적용하였다.

Fig. 2는 구현된 자동화 실험장치의 개략적인 모식도와 장치를 제어하기 위한 제어판을 나타낸다. 장치 내의 변형장치와 광학장치는 두 개의 마이크로 컨트롤러(Arduino^{TM}; 아두이노 교육용 마이크로칩 보드)로 연결되어 장치 조작 및 이를 통한 실험 조건의 통제가 가능하다. 이들 두 개의 마이크로 컨트롤러는 각각 내부적으로 프로그래밍이 되어 실험 장비의 온도 조절 및 변형 속도 조작이나 편광판의 움직임을 조절할 수 있는 스텝모터(step motor)의 제어가 가능하다. 각각의 마이크로 컨트롤러는 시리

Fig. 2. (a) Schematic diagram of the automated equipment for rock analog experiment. (b) Central controller to adjust to experimental conditions in a PC.

얼 통신을 이용하여 주 통제장치인 PC를 통해 통제되거나 원하는 조건으로 설정이 가능하다. 예를 들어, PC 내 MATLAB^{TM} 스크립트로 구현된 제어판 및 이에 연결된 마이크로 컨트롤러 보드를 통해 변형 장치 내 삽입된 열전대를 특정 온도로의 설정 및 조작이 가능하며, 변형 실험 동안에는 한 쪽 유리판을 밀어주는 스텝 모터의 속도를 조절하여 특정 변형율로의 설정이나 조작이 가능하다 (Fig. 2b). 광학장치(상/하부 편광판)를 제어하는 부분도 제어판에 연결되어 일정 시간 간격으로 이미지 촬영시에 광원의 전원을 제어하고, 상부 편광판과 하부 편광판을 원하는 특정 각도로 회전시킬 수 있다. 이러한 광학장치의 장점은 시료 위치나 재물대 회전 등에 의한 변화없이 동일 관찰 범위의 현미경 디지털 이미지를 취득할 수 있다는 점이다. 간섭색 이미지를 취득하기 위한 직교 편광 상태의 이미지의 경우, 상부와 하부 편광판을 직각 상태로 두 개의 스텝모터를 회전 조작하여 취득할 수 있다.

Fig. 3. (a) An image composed by combining an interference color image and an interference color image rotated by 45 degrees from the same observation area. The composite image can clearly distinguish between particles with similar interference colors. (b) Pseudo-PPL image composed by synthesizing two images in which the upper analyzer and the lower polarizer are parallel. These two images are also rotated 45 degrees from each other. The thin lines in the last image represent the trajectory of marker particles during simple shear deformation experiments.

이러한 경우에는 특정 방향으로의 직교 편광 상태로 입자들의 간섭색 이미지만을 얻을 수 있다. 하지만, 이들 직교 상태에서 상하부 편광판을 각각 동일하게 45° 회전을 시켜 다른 방향으로의 간섭색 이미지를 얻을 수 있으며, 이들 두 장의 이미지 합성을 통해 하나의 간섭색 이미지를 사용하는 경우보다 내부 격자 방향은 다르나 유사한 간섭색을 가지는 입자를 구별하는 데에 유용하다 (Fig. 3a). 개방 편광 상태의 경우에는 물리적인 상부 편광판의 제거가 아닌 상부와 하부 편광판을 평행한 상태로 회전 조작하여 이미지를 취득하고, 다시 이 평행한 상태를 45° 회전하여 취득한 두 개의 이미지를 합성하여 가상적인 편광판 개방 편광 상태의 이미지(pseudo-PPL image)를 생성할 수 있다(Fig. 3b). 특히, 이러한 가상적인 개방 상태의 이미지 취득은 유사 물질을 이용한 변형 실험 동안 각 입자 내부의 변형율을 분석하기 위한 위치 표시 입자(marker particle; 입자 경계 이동 작용 동안 영향을 주지 않고, 위치 변화를 추적하기 위하여 첨가되는 미세 입자)를 직교 편광 상태에서 입자의 소광(extinction) 상태에 의해 방해받지 않고 정확히 추적하는 데 유용하다.

실험에서 사용된 유사물질은 노캠퍼(norcamphor)라는 인공 화합물을 사용하였다. 노캠퍼의 화학식은 $C_7H_{10}O$ 이

며, 입자 성장 작용 실험 및 변형 실험에서 대표적으로 사용되는 유사물질 중 하나이다(Bons *et al.*, 1993; Means, 1989). 노캠퍼는 실온에서 상대적으로 부드러워 소성 변형을 받기 쉽고, 상온 상압의 조건에서 쉽게 재결정작용과 정적 입자 성장 작용을 일으키기에 입자경계 이동성이 크고, 광학적 특징이 석영과 유사하여 유사 물질 실험에 유용하다. 결정학적으로는 육방정계 또는 삼방정계의 결정계를 가지며 복굴절률은 0.005~0.01이다(Bauer *et al.*, 2000b). 따라서, 실온의 건조상태에서 변형될 때, 노캠퍼는 석영과 유사한 광학적 특징과 미구조가 발달된다. 녹는점은 건조상태에서 94~96°C이지만 10 vol%의 물을 첨가하면 55°C로 낮아지는 특징을 갖는다. 시료의 준비는 두 유리판 사이에 노캠퍼 시료를 압착하여 전형적인 간섭색을 가질 수 있는 두께(약 200μm 내외)로 제작된다. 이 때 압착 과정에서 노캠퍼 입자들의 인위적 변형이 발생할 수 있으며, 이로 인해 초기 실험 과정에서 의도하지 않은 입자 경계 이동 작용이 나타날 수 있다. 이를 방지하기 위해 초기 제작된 시료들에 일시적인 가열을 통해 작은 입도의 거품구조(Foam texture)를 가지도록 제작하였으며, 초기 실험 과정 동안 정적 입자 성장 작용의 기작에 반하여 입자 경계 이동 특성을 보이는 시료

들은 결과에서 제외되었다.

이 연구에서는 구현된 실험 장비의 효율성을 평가하고 실질적인 실험 결과를 산출하기 위하여 노캠퍼를 이용한 정적 입자 성장 실험과 단순 전단 변형 실험을 수행하였다. 수행된 정적 입자 성장 작용과 변형 실험에 대한 미구조를 정량적으로 분석하기 위하여 취득된 광학 이미지를 이용해 개별 입자들의 입도와 형태를 분석하였다. 분석 방법은 두 가지를 사용하였고, 목적에 따라 효율성을 고려하여 선택적으로 적용하였다. 사용된 방법 중의 하나는 선분 교점 측정 방법(line intercept method)이다(Berger *et al.*, 2011; Lopez-Sanchez and Llana-Fúnez, 2015). 이 방식은 각 이미지 내의 하나의 선분에 대해 선분 내에 포함된 각 입자 경계와 선분에서의 교점 사이 길이를 측정하며, 이들 길이의 통계적 처리를 통해 평균 입도를 구할 수 있다. 이를 위해 임의의 선분을 그어 사용될 수 있으나, 이 연구에서는 하나의 이미지에서 해당 범위 내에 적정한 여러 개의 평행선(평균적으로 8개의 평행선을 사용)을 이용하여 수행하였으며, 정확도를 높이기 위해 각

각 수평, 45°, 수직 방향으로 세 방향으로 측정하여 전체 자료로부터 평균 입도값을 산출하였다. 두번째 방식은 취득한 이미지로부터 직접 수작업을 통해 입자의 경계를 트레이싱 하는 방식이다. 이러한 방식은 선분 교점 측정 방법에 비해 통계적 처리 방식이 아닌 직접적인 입도를 측정하는 방식이며, 트레이싱된 입자 경계 자료를 통해 입도 뿐만 아니라 개별 입자의 신장률 등과 같은 형태 분석도 가능하다. 트레이싱 방식은 선형 교점 측정 방법에 비해 직관적이며 입자의 형태 분석이 가능하다는 장점을 갖지만, 많은 양의 자료를 분석함에 있어 수작업을 통해 입자 경계를 트레이싱을 하므로 많은 작업시간의 소요를 필요로 하는 단점을 가지고 있다. 정적 입자 성장 실험의 경우에는 성장 작용을 통해 입자들이 특정한 신장 방향성이 없는 거품 구조의 형태를 가지므로 선분 교점 측정 방법을 통한 분석이 효율적일 수 있다. 두 방식의 결과를 비교하기 위해 실험된 하나의 정적 입자 성장 작용 결과에 대해 두 가지 방식으로 입도 분석한 결과를 비교하였다(Fig. 4 및 Table 1). 이들 입도 분석에

Fig. 4. Example images of grain boundary tracing carried out with the static grain growth experiment.

Table 1. Comparison of tracing method and line intercept method for grain size analysis grain size (experiment condition: static grain growth at 50°C)

Time (hours)	0.8	6.8	12.8	18.8	22.8	26.8
(1) Avg. radius (μm , tracing method)	110.4	124.2	131.1	138.4	141.9	143.7
(2) Avg. radius (μm , line intercept method)	109.7	126.7	137.4	140.4	142.6	143.3
$\Delta \text{ radius } (\mu\text{m}) = (1) - (2)$	0.7	-2.5	-6.3	-2.0	-0.8	0.5

대한 결과로부터 두 방식은 오차 범위 내에서 유효하다고 판단되었으며, 정적 입자 성장 작용의 입도 분석을 위해서는 선분 교점 측정 방법을 적용하였다. 단순 전단 변형 실험의 경우에는 변형 작용에 의한 각 입자의 입도 뿐만 아니라 변형에 따른 입자의 형태 분석도 요구되므로, 입자 경계 트레이싱 방식을 이용하여 분석하였다.

3. 유사물질을 이용한 입자 성장 및 변형 실험 결과

3.1. 정적 입자 성장 실험의 예

정적 입자 성장 작용은 열접촉변성 작용과 같이 비변형 환경에서 열적 에너지에 의해 암석 내 구성된 광물 입자의 시간에 따른 성장 과정을 의미한다. 동일 조성의 단일 광물상을 가지는 규암이나 대리암에서 관찰되는 정적 입자 성장의 조직적 특징은 전형적으로 치밀한 과상의 조립질 입자 조직이다. 또한, 입자간 경계부가 암석 박편상에서 관찰할 때 대부분 단순한 직선형(3차원적으로는 평면)의 형태를 갖는 특징을 가진다. 이는 열접촉변성 작용 동안 입자의 성장이 입자간 경계의 자유 에너지를 낮추는 방향으로 일어나는 입자 경계 이동의 결과로서 나타난다. 즉, 입자간 경계 에너지를 감소시키기 위한 지속적인 입자간 경계 이동 과정을 통해 입자의 형태 변화가 나타나게 되며, 이들 조직은 단면상에서 직선형에 가까운 경계의 형태와 120° 사이각의 삼중점을 만들어 전체적인 암석 내 조직의 형태가 거품 구조를 형성하게 된다. 또한 지속적인 입자간 경계의 이동은 작은 입자들은 점진적으로 입도가 감소하여 소멸하게 되거나, 입도가 큰 입자들은 작아지거나 소멸되는 위치의 입자를 대체하며 입도의 증가를 보이게 된다. 이는 결과적으로 전체적인 조직 내에서 입자 수의 감소와 입도의 증가를 나타내게 되어 정적 입자 성장을 일으키는 과정이 된다.

노캠퍼를 이용한 정적 입자 실험은 두 유리판 사이에서 약 200 μm 로 두께로 압착된 시료를 가지고 각각 60°C, 50°C 그리고 45°C의 온도 조건에서 수행되었다. 상대적으로 온도가 높은 조건에서는 입자 경계 이동이 상대적으로 빨리 나타날 수 있으므로, 5~10분 간격의 두 방향의 직교 편광 상태 및 합성된 가상 개방 편광 상태 이미지를 취득하였다. 이들 중 대표될 수 있는 특정 시간 간격의 이미지를 선택하고 선분 교점 측정 방법을 이용하여 시간에 따른 입도 분석을 수행하였다. Fig. 5는 이에 대한 시간 간격별 입도의 변화를 대표 이미지와 함께 나타내고 있다. 초기 상태와 중간 상태 및 실험이 종료된 시점을 기준으로한 이미지를 이용하여 분석되었다. 60°C 온도 조건의 경우(Fig. 5c)에는 입자의 성장 속도가 빠르

기 때문에 입도 분포를 상호 유사한 수준으로 비교하기 위해 다른 조건보다 빠른 중간 시점의 이미지가 분석되었다. 각각의 온도 조건에서 모두 동일하게 초기에는 빠른 평균 입도의 증가를 보이고 있으나, 입자의 수가 감소하고 입자 경계가 직선화되며 낮은 자유 에너지로의 안정화되면서 입자의 성장 속도는 점진적으로 낮아지는 공통점을 보였고, 온도가 높을수록 이러한 초기 단계에서의 입자 성장 속도는 낮은 온도에 비해 빠르게 나타나는 경향을 보였다. 입도 분포를 나타내는 히스토그램에서도 시간이 지남에 따라 입도의 분포 범위가 넓어지며 입자의 빈도수가 감소하여 입자 성장이 이루어지고 있음을 정량적으로 분석할 수 있었다.

3.2. 단순 전단 변형 실험의 예

두번째 실험 조건은 실험 장비 내에서 전단력을 주어 시료 내 입자들의 단순 전단 변형 조건을 설정하였고, 변형 과정 중에 나타나는 입자들의 미구조 변화를 분석하였다. 두 유리판 사이에 약 200 μm 의 두께로 압착된 시료 내에 2mm 폭의 변형 구간을 만들었으며, 실험 온도는 30°C로 설정하였다. 장치에서 설정된 스텝 모터의 속도와 시료의 변형 구간 폭으로부터 환산된 기기적 전단 변형율은 약 $1.39 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ 였다. 이러한 설정은 노캠퍼의 용융점이 건조 조건에서 약 95°C 이므로 용융점 대비 약 31.6%의 비율로 중온-저변형률로 대응될 수 있으며, 지속된 변형 실험 시간은 총 17시간이었다. 적용된 현재의 전단 변형률은 실제 자연상태의 변형암에서 추론되는 변형율(약 $10^{-10} \text{ sec}^{-1}$ 내외) 보다는 상당히 빠르지만, 이 연구에서 적용될 수 있는 장치적 범위 내의 값이며, 해당 범위 내에서 상대적인 저변형율을 의미한다(Ree and Park, 1997).

시간에 따른 미구조의 분석은 각 입자들의 형태적 분석이 필요하므로 각 입자별 트레이싱 방식을 이용하였다. 실험 중 일정 간격으로 취득된 간섭색 합성 이미지를 이용하여 분석 범위 내에 포함되는 각 입자 경계들을 GIS 소프트웨어를 활용하여 실제 입도를 바로 산출할 수 있도록 실측 좌표로 설정하여 트레이싱 하였으며, 입자 다각형들을 PolyLX MATLAB™ Toolbox 스크립트를 이용하여 형태 분석을 실시하였다(Barraud, 2006; Lexa, 2003). 분석된 각 입자의 면적은 신장된 형태를 가지고 있지만 반지름을 비교값으로 산출하기 위해 각 입자의 면적에 대해 원으로 가정하여 평균 반지름을 산출하였다. Fig. 6는 초기 시료의 형태 및 시간에 따른 입도(평균 반지름)와 신장률 및 신장 방향을 나타낸다. 신장률은 장미도(Rose diagram)를 이용하여 각 단계의 상대적인 비교를 수행하였다. 중온-저변형률에서 변형 작용동안 나타나는 미구조

Fig. 5. Representative images and particle frequency histograms of specific time intervals during static particle growth experiments. (a) 45°C in temperature condition. (b) 50°C in temperature condition. (c) 60°C in temperature condition.

Fig. 6. (a) Representative images during the simple shear deformation experiment (temperature condition: 30°C , bulk shear strain rate: $1.39 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$). (b) grain boundary tracing images and the average grain size (radius, μm). (c) Rose diagram for preferred grain shape orientations (contours: frequency percentage).

의 변화에 대해 각 입자의 평균 면적 및 입도는 일정하게 유지되는 특징을 보였다. 하지만, 변형 과정이 지속됨에 따라 입자의 신장률은 증가되는 특징을 보여주었다. 또한, 주 신장 방향은 비록 초기 변형이 시작되면서부터 약한 정향성을 보이기 시작하였으나, 뚜렷한 입자의 신장 변형을 보이는 단계부터는 수직 방향으로부터 약 53° 내외 범위의 강해지는 정향성을 보이며 단순 전단 변형에 따른 신장 방향성을 보여주었다. 일부 입자 내 미구조에서 아입자 경계가 발달되었으나, 전체 입자 경계에 비해 그 발달된 수는 적었다.

4. 토 의

입자간 경계는 광물의 화학적 결합이라는 관점에서 볼 때 불연속면이며, 이러한 불연속면은 광물 내부에서의 완전한 화학적 결합보다 높은 자유 에너지를 갖는다. 열 에너지가 공급되는 환경에서 단일 조성의 각 입자들은 암석 내 전체 자유 에너지를 낮추기 위한 방향으로의 작용이 일어난다. 이들 기작 중의 하나로서 입자간 경계의 자유 에너지를 낮추기 위해 입자 경계에서 원소 간의 이동이 일어나게 되고, 단일 광물상에서는 이러한 과정을 통

Fig. 7. (a) The driving force ($\bar{F}$) of surface-energy driven grain-boundary migration for a small segment (dS) of a boundary under surface tension ($\bar{T}$). The angle subtended at the center of curvature is $d\theta = dS/R$. (b) Schematic illustration of a triple junction (Kim, 2000).

해 입자간 경계 이동이 나타나게 된다. Fig. 7a는 곡면을 가지는 입자간 경계에서 입자의 경계 이동에 대해 작용하는 힘과 방향을 모식적으로 나타낸다. 2차원에서 곡선 경계를 가진 입자의 경계 일부(dS)를 고려할 때, 입자 경계는 단위 길이당 표면 에너지(γ_b)에 의한 표면 장력($\bar{T} = -\gamma_b$)을 가진다. 이 때 입자 경계 이동에 대한 알짜 힘($\bar{F}$)은 입자 경계면에 평행하게 작용하는 장력($\bar{T}$)이 평형을 이루었을 때라고 볼 수 있으므로, 만일 입자 경계에서의 표면 에너지가 일정하다면 이 때의 작용하는 힘의 방향은 장력의 벡터적 합의 방향으로써 경계면에 수직인 곡선의 중심방향(O)이 된다. 따라서, 입자의 경계 이동은 곡선의 중심방향으로 일어나고 결과적으로 직선화 되려는 방향으로 이동하게 된다. 또한 단일 상에서 세 입자가 만나는 삼중점(triple junction)의 경우에는 각각의 두 입자간 사이각이 120° 가 되어 평형을 유지하려고 한다(Fig. 7b). 즉, 동일 영역 내에서 세 개의 입자간 경계가 가장 짧은 경우가 가장 낮은 표면 에너지를 가지게 되므로 입자간 경계 이동을 통해 삼중점은 기하적으로

가장 낮은 자유 에너지를 갖는 위치로 이동하게 된다. 이 때의 표면자유에너지와 이면각 사이의 관계식은 다음과 같다(a : 사이각, γ : 단위 길이당 표면 에너지).

$$\frac{\gamma_{a1}}{\sin a_1} = \frac{\gamma_{a2}}{\sin a_2} = \frac{\gamma_{a3}}{\sin a_3} \quad (\text{Eq. 1})$$

이에 기반하여 기존의 연구에서 도출한 입자 경계의 일반화된 이동 속도(V)는 다음과 같이 나타난다(Evans *et al.*, 2001; Kim, 2000).

$$V = \gamma_b M k \quad (\text{Eq. 2})$$

여기서 M 은 입자 경계의 이동성(mobility)이고, k 는 경계면의 곡률(curvature)이다. 즉, 입자경계의 이동 속도는 경계면의 이동성과 곡률에 비례하며, 입자 경계의 곡률이 없는 경우, 즉 경계가 직선의 형태를 가질 때 입자 경계의 이동이 멈춘다는 것을 나타낸다(Anderson *et al.*, 1984; Cocks and Gill, 1996; Gill and Cocks, 1996; Kim, 2000; Marthinsen *et al.*, 1996).

정적 입자 성장 동안 해당 기작에 따른 일반적인 입도의 변화는 입도가 작은 초기 단계에서 빠른 입자의 성장을 보이며, 입자가 성장할수록 입자 성장의 속도는 느려진다. 이러한 관계의 입자 성장 속도는 성장 기간과 초기 입도에 대한 상대적 입도의 증가분과의 관계에 따라 지수 함수의 형태로 표현될 수 있으며, 아래와 같은 입자 성장 관계식으로 나타낼 수 있다(Bons, 1993; Olgaard and Evans, 1986, 1988).

$$R - R_0 = m t^{(nd)} \quad (\text{Eq. 3})$$

여기서 R_0 와 R 은 각각 초기 입자들의 평균 반지름과 이로부터 성장 시간(t)만큼 후의 성장한 입자들의 평균 반지름이다. d 는 입도에 종속적인 상수값으로 입도의 크기에 대해 반지름이 적용된 경우에 1의 값을 갖는다(면적과 부피의 경우, 각각 2와 3이 적용된다). n 은 정적 입자 성장 과정에서 물질의 특성에 종속적이고 $0.3 \sim 0.5$ 사이의 값을 가지며, m 은 입자 성장 곡선에서 외부 환경과 관련된 상수값이다. 이 입자 성장 관계식은 로그 스케일을 통해 직선의 함수로 변환될 수 있으며, 입자 성장 시간동안 초기 입도로부터의 입자 성장 특성은 직선의 관계식에서 기울기값(n)으로 나타낼 수 있다.

Fig. 8은 정적 입자 성장 실험을 통해 도출된 관계식인 Eq. 3에 대한 로그-로그 형태의 입자 성장 곡선을 나타낸다. 이러한 로그-로그 형태의 관계에서 성장곡선은 이론적으로 직선의 형태로 나타나게 된다. 세 경우의 온도

Fig. 8. Static grain growth fitting graph(log-log scale) with grains size variation and growth time in the temperature 45°C, 50°C, 60°C, respectively.

환경(45°C, 50°C 및 60°C)에 따른 각각의 자료로부터 도출된 최적 기울기값은 각각 0.51, 0.34, 0.38으로 기존의 입자 성장 특성을 나타내는 범위 내의 값을 보여주었으며, 동일 물질인 노캐퍼를 통해 실험이 이루어졌으므로 평균값인 0.41을 적용하여 입자 성장 관계식을 통일하여 도시하였다. 각 실험에서 평균 기울기값($n=0.41$)에 대한 적은 편차는 존재하지만, 입자 성장 특성에 대한 상관성을 유지하며 입자 성장이 이루어졌음을 볼 수 있었다. 또한, 입자 성장 곡선에서 외부 환경에 대한 상수값인 m 은 해당 그래프에서 입도 변화량에 대한 절편으로 각 온도에 대해 증가되는 경향을 뚜렷하게 보여주었다. 이는 실험 온도의 증가에 따라 초기 입자의 반지름 증가량 또는 성장 속도가 높은 온도에서 낮은 온도보다 빠르게 나타났음을 의미한다.

Fig. 6에서 나타나는 단순 전단 변형 실험 동안의 입자의 신장 변형은 중온-저변형을 조건에서 입자의 내부 변형과 함께 회복 작용이 일어나고 있음을 지시한다. 이는 저온에서 변형 작용에 의해 나타날 수 있는 재결정작용의 하나인 입도의 감소가 나타나지 않다는 점과 일부 관찰되는 아입자 경계들의 발달로부터 해석된다. 즉, 내부 변형에 의한 동적 입자 성장과 동시에 내부 회복 작용이 발생되어 입자 외형에 대한 신장 변형 작용이 나타나고 평균 입도가 유지되고 있다는 분석 결과로 해석될 수 있다. 입자 신장률에 대해 비록 초기 입자 군집이 분석상으로 매우 약한 신장률의 방향성을 가지고 있었으나, 이 방향은 주된 변형작용과 무관한 초기 시료의 특징이었으며, 전단 변형이 증가할수록 특정 방향(약 53°)으로 강하게 신장률이 증가하는 전형적인 특징을 보여주었다.

정적 입자 성장 실험과 마찬가지로 변형 실험에서도 적용된 실험 장비와 합성된 이미지를 통해 효율적이고 정량적인 변형 실험 및 미구조의 분석이 가능함을 확인할 수 있었다.

5. 결 론

유사물질을 이용하여 입자의 성장 작용 및 변형 실험을 구현하기 위한 실험 장치는 자동화 장치에 의해 효율적인 실험이 가능함을 보여주었다. 마이크로 컨트롤러를 통한 편광판의 회전 조작은 실험 시료의 이미지 취득에 대해 1) 현미경 내 상부 편광판의 물리적인 제거없이 평행한 방향의 상/하부 편광판 두 개를 서로 다른 방향(0°와 45°)으로 회전시켜 얻어진 합성 이미지로 가상적인 개방 니콜의 이미지를 취득할 수 있었다. 2) 직교 니콜 상태에서의 편광판 회전 조작은 간섭색 이미지에서 가상 니콜 상태의 이미지 합성 방식과 마찬가지로 두 방향(0°와 45°)에서 합성된 이미지를 통해 각 개별 입자를 구별할 때 단일 이미지의 사용보다 효과적으로 입자들을 구별하고 미구조의 변화를 관찰함에 있어 효과적임을 보였다. 전체 실험 과정에서 실험 조건 및 자료 취득을 프로그래밍을 통해 자동화함으로써 유사물질을 이용한 입자 성장 작용 실험 및 변형 실험에서 목적하는 바와 같이 실험 과정 동안의 변화과정을 순차적으로 관찰할 수 있고, 전체 수행 과정동안 수동적 조작없이 실험을 진행할 수 있다는 개선된 방법을 보여주었다.

정적 입자 성장 작용동안 실험 변인인 온도 변화에 따라 입자간 경계 이동 작용을 통해 나타나는 입자의 성장은 노캐퍼의 성장 특징이 $n = 0.4 \sim 0.5$ 범위 내에서 나타날 수 있으며, 온도에 따른 입자 성장 속도의 차이를 명확하게 보이며, 온도가 높을수록 빠른 입자 성장 곡선을 따라 나타냈다.

중온-저변형을 조건에서의 단순 전단 변형 실험의 예는 평균 입도의 큰 변화가 없으나, 입자 형태에 대해 전단 변형이 증가함에 따라 전단력 방향의 수직인 방향에 대해 약 53°의 방향으로 신장률이 증가하는 결과를 보여주었다. 이는 전단 변형에 의한 입자들의 소성 변형을 나타내며, 입자간 경계의 자유 에너지를 원동력으로 하는 정적 입자 성장과는 달리 변형에 따른 내부 에너지의 변화와 이를 해소하기 위한 입자 경계 이동 및 입자 내부 회복작용의 동시적인 결과로 해석된다.

이 연구에서는 실험 장비의 개발 및 구현과 이에 대해 유사물질을 이용한 두 가지 조건에서의 실험결과를 보여주나, 실험 장비를 이용한 더 다양한 조건에서의 실험은 다양한 지질학적 조건에서의 단일 조성 광물 및 이차상

물질을 포함한 실험 등을 수행할 수 있을 것으로 사료되며, 향후 이러한 실험 결과들을 통해 암석의 변형 미구조에 대한 다양한 형성과정 및 기작을 이해하는데 노력할 수 있다고 사료된다.

사 사

이 연구는 2018년도 정부(교육부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업입니다(과제번호 : NRF-2018R1D1A1B07049627). 본 논문을 세심하게 검토하여 고견을 주신 익명의 심사자분들께 진심으로 감사드립니다.

References

- Anderson, M.P., Srolovitz, D.J., Grest, G.S. and Sahni, P.S. (1984) Computer simulation of grain growth-I. Kinetics. *Acta Metallurgica*, v.32(5), p.783-791, doi: 10.1016/0001-6160(84)90151-2.
- Barraud, J. (2006) The use of watershed segmentation and GIS software for textural analysis of thin sections. *J. Volcanol. Geotherm. Res.*, v.154(1), p.17-33, doi: 10.1016/j.jvolgeores.2005.09.017.
- Bauer, P., Rosenberg, C. and Handy, M.R. (2000a) 'See-through' deformation experiments on brittle-viscous norcamphor at controlled temperature, strain rate and applied confining pressure. *J. Struct. Geol.*, v.22(3), p.281-289, doi: 10.1016/S0191-8141(99)00144-3.
- Bauer, P., Palm, S. and Handy, M.R. (2000b) Strain localization and fluid pathways in mylonite: inferences from in situ deformation of a water-bearing quartz analogue (norcamphor). *Tectonophysics*, v.320(2), p.141-165, doi: 10.1016/S0040-1951(00)00065-2.
- Berger, A., Herwegh, M., Schwarz, J.-O. and Putlitz, B. (2011) Quantitative analysis of crystal/grain sizes and their distributions in 2D and 3D. *J. Struct. Geol.*, v.33(12), p.1751-1763, doi: 10.1016/j.jsg.2011.07.002.
- Bons, P.D. (1993) Experimental deformation of polyphase rock analogues. Ph.D thesis, Faculteit Aardwetenschappen.
- Bons, P.D. and Urai, J.L. (1992) Syndeformational grain growth: microstructures and kinetics. *J. Struct. Geol.*, v.14(8), p.1101-1109, doi: 10.1016/0191-8141(92)90038-X.
- Bons, P.D., Jesseli, M.W. and Passchier, C.W. (1993) The analysis of progressive deformation in rock analogues. *J. Struct. Geol.*, v.15(3-5), p.403-411, doi: 10.1016/0191-8141(93)90136-X.
- Cocks, A.C.F. and Gill, S.P.A. (1996) A variational approach to two dimensional grain growth-I. Theory. *Acta Materialia*, v.44(12), p.4765-4775, doi: 10.1016/S1359-6454(96)00121-8.
- De Bresser, J.H.P. and Spiers, C.J. (1997) Strength characteristics of the r, f, and c slip systems in calcite. *Tectonophysics*, v.272(1), p.1-23, doi: 10.1016/S0040-1951(96)00273-9.
- De Bresser, J.H.P., Ter Heege, J.H. and Spiers, C.J. (2001) Grain size reduction by dynamic recrystallization: can it result in major theological weakening? *Int. J. Earth Sci.*, v.90(1), p.28-45. doi: 10.1007/s005310000149
- Evans, B., Renner, J. and Hirth, G. (2001) A few remarks on the kinetics of static grain growth in rocks. *Int. J. Earth Sci.*, v.90(1), p.88-103, doi: 10.1007/s005310000150.
- Frost, H.J. and Thompson, C.V. (1996) Computer simulation of grain growth. *Curr Opin Solid State Mater Sci*, v.1(3), p.361-368. doi: 10.1016/S1359-0286(96)80026-X
- Gill, S.P.A. and Cocks, A.C.F. (1996) A variational approach to two dimensional grain growth-II. Numerical results. *Acta Materialia*, v.44(12), p.4777-4789, doi: 10.1016/S1359-6454(96)00122-X.
- Gleason, G.C., Tullis, J. and Heidelbach, F. (1993) The role of dynamic recrystallization in the development of lattice preferred orientations in experimentally deformed quartz aggregates. *J. Struct. Geol.*, v.15(9-10), p.1145-1168, doi: 10.1016/0191-8141(93)90161-3.
- Hirth, G. and Tullis, J. (1992) Dislocation creep regimes in quartz aggregates. *J. Struct. Geol.*, v.14(2), p.145-159, doi: 10.1016/0191-8141(92)90053-y.
- Karato, S. (1989) Grain growth kinetics in olivine aggregates. *Tectonophysics*, v.168(4), p.255-273, doi: 10.1016/0040-1951(89)90221-7.
- Kawamoto, E. (1996) The first experimental determination of the strength profile of the lithosphere; preliminary results using halite shear zones. *J. Geol. Soc. Jpn.*, v.102(3), p.249-257.
- Kim, B.-N., Hiraga, K., Sakka, Y. and Ahn, B.-W. (1999) A grain-boundary diffusion model of dynamic grain growth during superplastic deformation. *Acta Materialia*, v.47(12), p.3433-3439, doi: 10.1016/S1359-6454(99)00201-3.
- Kim, S. (2000) Grain growth in natural quartzite and artificial polycrystalline aggregates. Master degree thesis, Korea University, Rep. of Korea.
- Kohlstedt, D.L., Evans, B. and Mackwell, S.J. (1995) Strength of the Lithosphere - Constraints Imposed by Laboratory Experiments. *J. Geophys. Res. Solid Earth*, v.100(B9), p.17587-17602. doi: 10.1029/95JB01460
- Lexa, O. (2003) Numerical approaches in structural and microstructural analyses. Ph.D thesis, Charles University, Prague.
- Lopez-Sanchez, M.A. and Llana-Fúnez, S. (2015) An evaluation of different measures of dynamically recrystallized grain size for paleopiezometry or paleowattometry studies. *Solid Earth*, v.6(2), p.475-495, doi: 10.5194/se-6-475-2015.
- Marthinsen, K., Hunderi, O. and Ryum, N. (1996) The influence of spatial grain size correlation and topology on normal grain growth in two dimensions. *Acta Materialia*, v.44(4), p.1681-1689, doi: 10.1016/1359-6454(95)00262-6.
- Means, W.D. (1989) Synkinematic microscopy of transparent polycrystals. *J. Struct. Geol.*, v.11(1), p.163-174, doi: 10.1016/0191-8141(89)90041-2.
- Miyake, A. (1998) Monte Carlo simulation of normal grain growth in 2- and 3-dimensions: the lattice-model-independent grain size distribution. *Contrib. Mineral. Petrol.*, v.130(2), p.121-133. doi: 10.1007/s004100050354
- Olgaard, D.L. and Evans, B. (1986) Effect of Second-Phase Particles on Grain Growth in Calcite. *J. Am. Ceram. Soc.*, v.69(11), p.C-272-C-277. doi: 10.1111/j.1151-2916.1986.tb07374.x.

- Olgaard, D.L. and Evans, B. (1988) Grain growth in synthetic marbles with added mica and water. *Contrib. Mineral. Petrol.*, v.100(2), p.246-260. doi: 10.1007/BF00373591
- Park, Y., Ree, J.H. and Kim, S. (2001) Lattice preferred orientation in deformed-then-annealed material: observations from experimental and natural polycrystalline aggregates. *Int. J. Earth Sci.*, v.90(1), p.127-135. doi: 10.1007/s005310000163
- Ree, J.H. and Park, Y. (1997) Static recovery and recrystallization microstructures in sheared octachloropropane. *J. Struct. Geol.*, v.19(12), p.1521-1526, doi: 10.1016/S0191-8141(97)00067-9.
- Rutter, E.H. (1995) Experimental study of the influence of stress, temperature, and strain on the dynamic recrystallization of Carrara marble. *J. Geophys. Res. Solid Earth*, v.100(B12), p.24651-24663, doi: Doi 10.1029/95jb02500.
- Stipp, M. and Kunze, K. (2008) Dynamic recrystallization near the brittle-plastic transition in naturally and experimentally deformed quartz aggregates. *Tectonophysics*, v.448(1-4), p.77-97, doi: 10.1016/j.tecto.2007.11.041.
- Tullis, J. and Yund, R. (1982) Grain growth kinetics of quartz and calcite aggregates. *J. Geol.*, v.90(3), p.301-318, doi: 10.1086/628681.
- Urai, J.L., Means, W.D. and Lister, G.S. (1986) Dynamic Recrystallization of Minerals, in *Mineral and Rock Deformation*. edited, pp. 161-199.
- Walker, A.N., Rutter, E.H. and Brodie, K.H. (1990) Experimental study of grain-size sensitive flow of synthetic, hot-pressed calcite rocks. *Geological Society, London, Special Publications*, v.54(1), p.259-284, doi: 10.1144/gsl.sp.1990.054.01.24.
- Walte, N.P., Bons, P.D. and Passchier, C.W. (2005) Deformation of melt-bearing systems-insight from in situ grain-scale analogue experiments. *J. Struct. Geol.*, v.27(9), p.1666-1679, doi: 10.1016/j.jsg.2005.05.006.