



Mikro-wytrzymałość kryształów halitu

Micro-strength of halite crystals

Tomasz TOBOŁA^{1*}, Katarzyna CYRAN², Michał KOWALSKI³

^{1*} Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Geologii, Geofizyki i Ochrony Środowiska, Katedra Geologii Żyłowej i Górniczej, al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, e-mail: tobolatomasz@agh.edu.pl

^{2,3} Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Łądowej i Gospodarki Zasobami, Katedra Geomechaniki, Budownictwa i Geotechniki, al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, e-mail: kcyran@agh.edu.pl; kowalski@agh.edu.pl

1. ABSTRAKT

Celem pracy było zbadanie mechanizmów deformacji i wytrzymałości naturalnych monokryształów halitu w warunkach jednoosiowego ściskania z jednoczesną obserwacją mikroskopową. Badania przeprowadzono na próbkach pochodzących z wysadów solnych Góra i Kłodawa. Wyniki wykazały dużą zmienność parametrów mechanicznych. Próbki z granicami między kryształami halitu zawierającymi płaskie inkluzje fluidalne cechowały się niższą wytrzymałością, natomiast obecność anhydrytu na tych granicach podnosiła jej wartość. Pojedyncze kryształy osiągały wartości powyżej 20 MPa, z maksimum 50 MPa. Pierwszym zjawiskiem podczas jednoosiowego ściskania było pojawianie się dwójłomności indukowanej naprężeniem, występujące już przy 0,6–15,4% wytrzymałości próbki. Wskazuje ona na początek plastycznej deformacji. W próbkach z naturalną dwójłomnością zmiany te pojawiały się przy niższych naprężeniach, co może świadczyć o wcześniejszych deformacjach tektonicznych. W dalszej kolejności obserwowano zaczernienia na granicach halit–anhydryt oraz gwałtowne powstawanie spękań wzdłuż płaszczyzn krystalograficznych. Uzyskane wyniki rozszerzają dotychczasowy stan wiedzy, uwzględniając mikrostrukturalne efekty deformacji i zniszczenia halitu w warunkach kontrolowanego obciążania.

Słowa kluczowe: mikro-wytrzymałość monokryształów halitu, dwójłomność indukowana naprężeniem i naturalna, odkształcenia plastyczne

ABSTRACT

The aim of this study was to investigate the deformation mechanisms and strength of natural halite monocrystals under uniaxial compression with simultaneous microscopic observation. The research was conducted on samples from the Góra and Kłodawa salt domes. The results showed significant variability in mechanical parameters. Samples with crystal boundaries containing flat fluid inclusions exhibited lower strength, whereas the presence of anhydrite at these boundaries increased strength. Single crystals achieved strength values above 20 MPa, with a maximum of 50 MPa. The first sign during uniaxial compression was the appearance of stress-induced birefringence, occurring at 0.6–15.4% of the sample's ultimate strength. This indicates the onset of plastic deformation. In samples with natural birefringence, these changes appeared at lower stresses, which may suggest prior tectonic deformation. Subsequently, darkening at the halite–anhydrite boundaries and rapid formation of fractures along crystallographic planes were observed. The obtained results expand the current state of knowledge by accounting for microstructural effects of halite deformation and failure under controlled loading conditions.

Key words: microstrength of halite monocrystals, stress-induced and natural birefringence, plastic strains

1. INTRODUCTION

The strength and deformation behavior of individual halite crystals has so far been addressed in several publications (Hadin and Hager, 1958; Carter and Heard, 1970; Carter and

WSTĘP

Tematyka wytrzymałości i deformacji pojedynczych kryształów halitu była dotychczas poruszana w kilku publikacjach (Hadin, Hager, 1958; Carter, Heard, 1970; Carter, Hansen, 1983; Skrotzki, Haasen, 1981 oraz Picard i in., 2012; 2018). Badania wytrzymałości obejmowały testy ściskania i rozciągania (Hadin, Hager, 1958). Opisane w literaturze testy wytrzymałości przeprowadzono na naturalnych kryształach halitu oraz "sztucznych" wyhodowanych w laboratorium. Stwierdzono (Carter, Heard, 1970), że naturalne kryształy halitu wykazywały nieco wyższą wytrzymałość niż kryształy sztuczne. Czyste kryształy halitu w warunkach jednoosiowego ściskania wzdłuż $\{001\}$ początkowo (0,5 - 1,0% odkształceń) wykazywały odkształcenia sprężyste, które następnie przechodziły w odkształcenia plastyczne (Picard i in., 2012, 2018). Stwierdzono, że monokryształy halitu ulegają deformacjom wzdłuż konkretnych płaszczyzn krystalograficznych. Główny system poślizgu, wzdłuż płaszczyzny krystalograficznej $\langle 110 \rangle$, uaktywniał się jako pierwszy. Wtórne systemy poślizgu wzdłuż płaszczyzn krystalograficznych $\langle 100 \rangle$ i $\langle 111 \rangle$ uaktywniały się jako następne. Zauważono, że główny system poślizgu jest preferowany przy niższych naprężeniach i niskich temperaturach. Natomiast, wtórne systemy poślizgu są w większym stopniu zależne od temperatury (Carter, Heard, 1970; Carter, Hansen, 1983). Warunki aktywacji wymienionych układów poślizgu w monokryształach halitu były badane przez Carter, Heard (1970), Skrotzki, Haasen (1981) oraz Picard i in. (2012; 2018). Jednak autorzy każdej z tych prac podają inne wartości naprężeń potrzebne do aktywacji poszczególnych systemów poślizgu. Zgodnie z powyższym, naprężenie dla układu $\langle 110 \rangle$ mieści się w zakresie od 2,0 MPa (Carter, Heard, 1970), przez 4,5 MPa (Skrotzki, Haasen, 1981), do 8,0 MPa (Picard i in., 2018). Natomiast naprężenie potrzebne do aktywacji układu $\langle 100 \rangle$ jest większe i wynosi 10,0 MPa (Skrotzki, Haasen, 1981), 13,0 MPa (Carter, Heard, 1970) oraz 23,0 MPa (Picard i in., 2018).

Powyżej wymienione publikacje wniosły znaczny wkład w rozpoznanie procesu zniszczenia pojedynczych kryształów halitu. Jednak warunki przeprowadzenia testów wytrzymałości oraz ich metodyka były różne dla każdej z publikacji. Celem tego artykułu jest uzupełnienie istniejących badań o wyniki testów wytrzymałości na jednoosiowe ściskanie wykonywane równocześnie z obserwacją monokryształów pod mikroskopem. Przeprowadzone badania miały na celu opisanie procesu deformacji pojedynczych kryształów halitu, określenie poszczególnych etapów tego procesu oraz wyznaczenie parametrów mechanicznych.

2. METODYKA BADAŃ

Badania wytrzymałościowe w mikroskali przeprowadzono na pojedynczych kryształach halitu pochodzących z soli

Hansen, 1983; Skrotzki and Haasen, 1981; Picard et al., 2012, 2018). Strength studies included both compression and tensile tests (Hadin and Hager, 1958). The strength tests reported in the literature were performed on natural halite crystals as well as on "artificial" crystals grown under laboratory conditions. It was found (Carter and Heard, 1970) that natural halite crystals exhibit slightly higher strength than artificial ones. Pure halite crystals subjected to uniaxial compression along the $\{001\}$ direction initially (at 0.5–1.0% strain) showed elastic deformation, which subsequently transitioned into plastic deformation (Picard et al., 2012, 2018). It has been established that halite monocrystals deform along specific crystallographic planes. The primary slip system, operating along the $\langle 110 \rangle$ crystallographic direction, is activated first. Secondary slip systems along the $\langle 100 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$ crystallographic directions are activated subsequently. It has been observed that the primary slip system is favored at lower stresses and low temperatures, whereas the secondary slip systems are more strongly temperature dependent (Carter and Heard, 1970; Carter and Hansen, 1983). The conditions for activation of these slip systems in halite monocrystals were investigated by Carter and Heard (1970), Skrotzki and Haasen (1981), and Picard et al. (2012, 2018). However, the authors of these studies reported different stress values required to activate individual slip systems. Accordingly, the stress required for activation of the $\langle 110 \rangle$ system ranges from 2.0 MPa (Carter and Heard, 1970), through 4.5 MPa (Skrotzki and Haasen, 1981), to 8.0 MPa (Picard et al., 2018). In contrast, the stress required to activate the $\langle 100 \rangle$ system is higher, amounting to 10.0 MPa (Skrotzki and Haasen, 1981), 13.0 MPa (Carter and Heard, 1970), and 23.0 MPa (Picard et al., 2018).

The publications cited above have made a significant contribution to the understanding of the failure processes of individual halite crystals. However, the conditions under which the strength tests were performed, as well as their methodologies, differed among the individual studies. The aim of this paper is to complement existing research by presenting the results of uniaxial compression strength tests conducted simultaneously with microscopic observation of halite monocrystals. The investigations were intended to describe the deformation process of individual halite crystals, identify the successive stages of this process, and determine their mechanical parameters.

2. RESEARCH METHODOLOGY

Microscale strength tests were conducted on individual halite crystals obtained from crystalline salt of the Góra salt dome (borehole G42, depth 966 m) and the Kłodawa salt dome (sample A36, position 600; trench 52 at PP 1223, SE sidewall; and a sample from chamber KS 1C, field no. 1). Samples for testing were prepared as plates measuring ap-

kryształowych z wysadu Góra (otw. G42 gł. 966) i wysadu Kłodawa (pr. A36 poz. 600, przekop 52 przy PP 1223 ocios SE oraz próbka z komory KS 1C, pole nr 1). Próbki do badań przygotowano w formie płytek o rozmiarach około 10x8x5 mm. W przypadku soli kryształowych z komory KS 1C dodatkowo wykonano próbki o rozmiarach 10x8x1,2 mm. Próbki wykonano metodą rozłupywania wzdłuż powierzchni łupliwości większych kryształów halitu. W celu uzyskania próbek zawierających granice pomiędzy kryształami halitu, sole kryształowe z otworu G42 cięto na pile wolnoobrotowej Minitom firmy Struers. Próbki te następnie szlifowano na zestawie papierów ściernych i polerowano. Ze względu na charakter granic kryształów, tj. obecność licznych zespołów inkluzji fluidalnych (przedstawionych poniżej) znacznie obniżających spójność próbek, uzyskanie większej ilości materiału do badań wytrzymałościowych było niemożliwe.

Badania wytrzymałości na jednoosiowe ściskanie przeprowadzono na urządzeniu zaprojektowanym do wykonywania testów wytrzymałości przy jednoczesnej obserwacji zachowania się próbek pod mikroskopem polaryzacyjnym. Urządzenie wyposażone jest w system pomiaru siły i zestaw szcęk do „prostego” jednoosiowego ściskania. Próbki obciążano tempie przyrostu siły około 10 N/s. Obserwacje przeprowadzono na mikroskopie Eclipse E600 firmy Nikon wyposażonym w obiektywy 4X, 10X, 20X, 50X, przy czym najczęściej wykorzystywany był obiektyw 4X ze względu na większe pole widzenia. Obserwacje pojawiania się dwójłomności i jej zmian przeprowadzono przy stałym natężeniu światła dla wszystkich próbek.

Za moment zniszczenia próbki, a tym samym granicę wytrzymałości podobnie jak w badaniach standardowych, przyjęto maksymalną siłę jaką otrzymano w trakcie ściskania próbek.

3. WYNIKI PRZEPROWADZONYCH BADAŃ

Charakterystyka petrologiczna próbek

Badane próbki halitu różnią się zawartością wrostków anhydrytu oraz występowaniem zjawisk optycznych takich jak dwójłomność. W większości próbek z soli kryształowych z wysadu Góra nie zaobserwowano naturalnej dwójłomności, która była widoczna jedynie w Pr. 6. Natomiast w kryształach halitu często występowały wrostki anhydrytu. Anhydryt wykształcony był najczęściej hipautomorficznie lub prawie automorficznie o wielkościach kryształów dochodzących do ponad 0,5 mm (Ryc. 1A, B). Mniejsze kryształy anhydrytu miały zarysy bardziej ksenomorficzne. Niekiedy w obrębie kryształów widoczne były zespoły inkluzji fluidalnych o prostoliniowym przebiegu, które pokrywały się z łupliwością halitu, ale nie przecinały całego kryształu. Zespoły te złożone były z bardzo małych (< 1 μm) inkluzji (Ryc. 1B). W niektórych próbkach widoczne były także nieco faliste i rozwidla-

proximately 10 × 8 × 5 mm. For crystalline salt from chamber KS 1C, additional samples measuring 10 × 8 × 1.2 mm were also prepared. The samples were obtained by splitting along the cleavage planes of larger halite crystals. To produce samples containing boundaries between halite crystals, crystalline salt from borehole G42 was cut using a low-speed Minitom saw (Struers). The samples were then ground using a set of abrasive papers and polished. Due to the nature of the crystal boundaries, specifically the presence of numerous clusters of fluid inclusions (described below) that significantly reduce the cohesion of the samples, it was impossible to obtain a larger quantity of material for strength testing.

Uniaxial compression tests were conducted using a device designed to perform strength tests while simultaneously observing the behavior of samples under a polarizing microscope. The tool is equipped with a force measurement system and a set of jaws for “simple” uniaxial compression. The samples were loaded at a force increment rate of approximately 10 N/s. Observations were made using a Nikon Eclipse E600 microscope with 4X, 10X, 20X, and 50X objectives, with the 4X objective most frequently used due to its larger field of view. Observations of the onset and changes in birefringence were conducted at a constant light intensity for all samples.

The moment of sample failure, and thus the strength limit, was determined—similarly to standard tests—by the maximum force recorded during the compression of the samples.

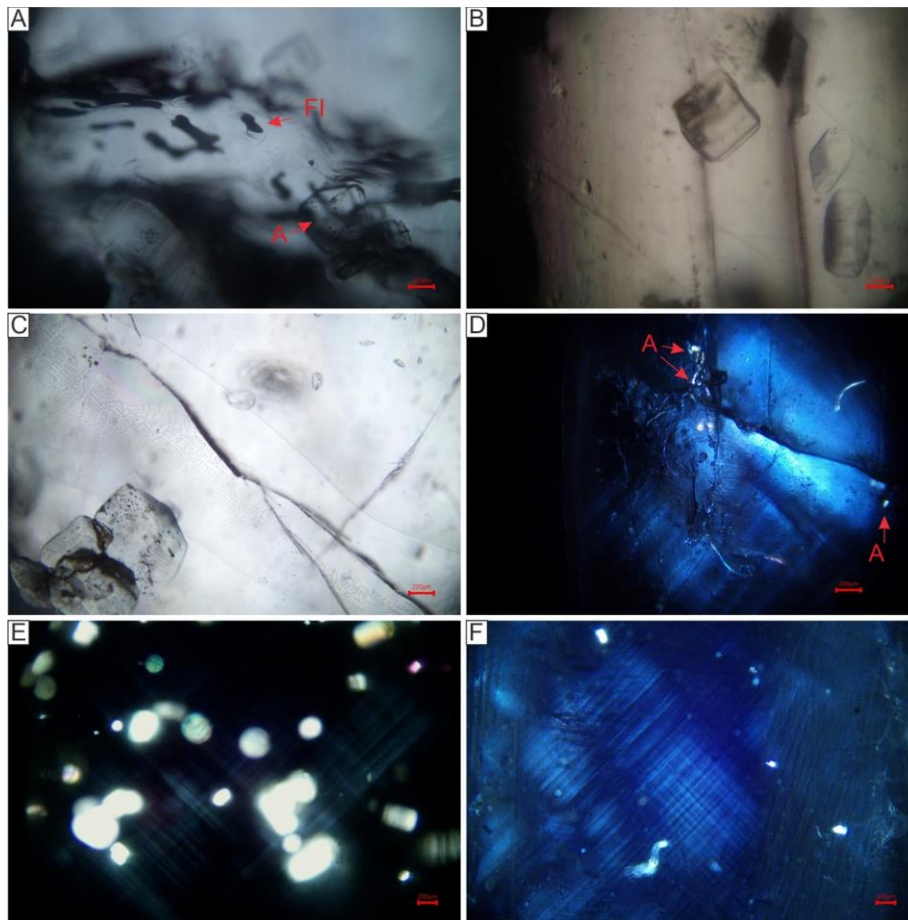
3. RESULTS OF THE STUDY

Petrological characterization of the samples

The halite samples analyzed showed variability in the presence of anhydrite inclusions and optical features such as birefringence. In most samples from the crystalline salt of the Góra salt dome, natural birefringence was absent, appearing only in sample Pr. 6. Halite crystals frequently contained anhydrite inclusions, typically developing hypautomorphically or nearly automorphically, with crystal sizes reaching over 0.5 mm (Fig. 1A, B). Smaller anhydrite crystals exhibited more xenomorphic shapes. Within some crystals, linear arrays of fluid inclusions were observed, aligned with the halite cleavage but not traversing the entire crystal. These arrays consisted of very small inclusions (< 1 μm) (Fig. 1B). In certain samples, slightly wavy and branching fractures were also visible, along with secondary fluid inclusion arrays oriented obliquely to the crystallographic axes (Fig. 1C).

At the boundaries of halite crystals, clusters of fluid inclusions are present. These clusters consist of flat, relatively large liquid–gas inclusions, up to 0.5 mm in length, interconnected with one another. They are estimated to cover roughly 50% of the surface of the intercrystalline boundaries.

Crystalline salts from the Kłodawa deposit, trench 52 (Sample 36), contain considerably less anhydrite. The anhy-



Ryc. 1. Mikrofotografie badanych próbek: A) inkluzje fluidalne (FI) na granicy kryształów halitu (A – kryształy anhydrytu), B) Kryształy anhydrytu i prostolinijne zespoły wtórnych inkluzji w halicie, C) spękania oraz zespoły wtórnych inkluzji fluidalnych w kryształach halitu, D) małe wzrostki anhydrytu (A) i naturalna dwójłomność w kryształach halitu z Kłodawy, E) słabo zaznaczająca się naturalna dwójłomność oraz wzrostki anhydrytu, F) naturalna, wyraźna dwójłomność w kryształach halitu.

Fig. 1. Microphotograph of studied samples: A) fluid inclusions (FI) at the halite grain boundary (A – anhydrite crystals), B) Anhydrite crystals and straight fluid inclusions assemblages in halite, C) cracks and fluid inclusions assemblages in halite crystal, D) small anhydrite inclusions (A) and primary birefringence in halite crystal from Kłodawa, E) weakly expressed primary birefringence and anhydrite inclusions, F) Natural, distinct birefringence in the halite crystal.

jące się spękania oraz zespoły wtórnych inkluzji fluidalnych przebiegające skośnie do osi krystalograficznych (Ryc. 1C).

Na granicach kryształów halitu obserwuje się występowanie zespołów inkluzji fluidalnych. Zespoły te złożone są z płaskich, dużych (o długości do 0,5 mm), połączonych ze sobą inkluzji ciekło-gazowych. Szacunkowo zajmują one około 50% powierzchni granicznej między kryształami halitu.

Sole kryształowe z wysadu Kłodawa z przekopu 52 (Pr. 36) zawierają znacznie mniej anhydrytu. Anhydryt wykształcony jest najczęściej w postaci bardzo drobnych (rzędu kilkunastu mikrometrów) kryształów o zarysach ksenomorficznych lub hipautomorficznych (Ryc. 1D). Rzadziej spotykane są kryształy o rozmiarach rzędu dziesiątych części milimetra. Charakterystyczną cechą kryształów halitu z tego odsłonięcia jest występowanie naturalnej dwójłomności (Ryc. 1D). Dwójłomność przejawia się najczęściej w postaci jasnych pasów przy skrzyżowanych nikolach przecinających się pod

drite is typically present as very fine crystals, measuring a few tens of micrometers, with xenomorphic or hypautomorphic shapes (Fig. 1D), while larger crystals, on the scale of tenths of a millimeter, are rare. A distinctive feature of the halite crystals from this exposure is their natural birefringence (Fig. 1D), which commonly appears as bright bands under crossed nicols at 90° , oriented at a 45° angle to the crystallographic axes.

Crystalline salts from chamber KS 1C of the Kłodawa Salt Mine, like those from the Góra deposit, contain a relatively large number of anhydrite inclusions (Fig. 1D). Anhydrite crystals reach sizes of several hundred micrometers and are primarily hypautomorphic, with automorphic crystals being less common. Birefringence was observed in only a few samples, manifesting as faint bands (Fig. 1E), while in some thinner samples (Sample 8C), the birefringence bands were more pronounced (Fig. 1F).

kątem 90° i ułożonych pod kątem 45° w stosunku do osi krystalograficznych.

Sole kryształowe z komory KS 1C Kopalni Soli Kłodawa, podobnie jak próbki z wysadu Góra, zawierają stosunkowo dużo wrostków anhydrytu (Ryc. 1D). Kryształy anhydrytu osiągają rozmiary do kilkuset mikrometrów i są hipautomorficzne, rzadziej automorficzne. Dwójłomność obserwowana była tylko w niektórych próbkach w formie słabo widocznych pasów (Ryc. 1E). Jedynie w niektórych próbkach o mniejszej grubości (Pr. 8C) dwójłomność w formie pasów jest bardziej intensywna (Ryc. 1F).

Mikro-wytrzymałość kryształów halitu

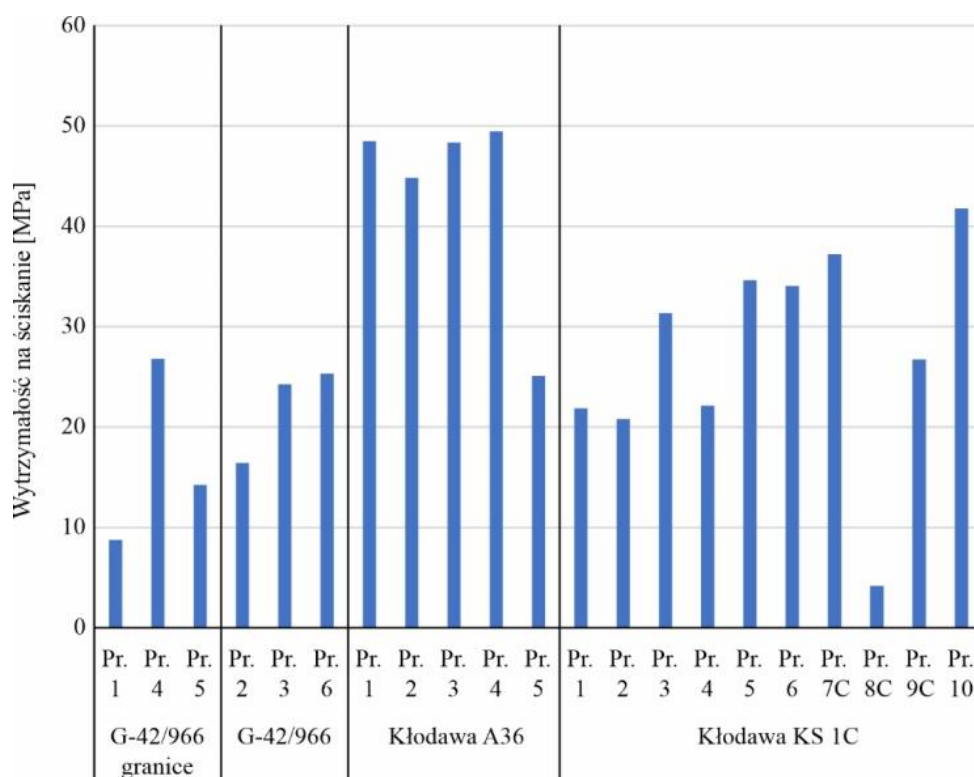
Przeprowadzone badania mikro-wytrzymałości na jednoosiowe ściskanie wykazały, że próbki zawierające granice między kryształami halitu (Ryc. 1A) lub spękania (Ryc. 1C) posiadają wytrzymałość rzędu 8,7 – 26,8 MPa (Ryc. 2), przy czym najwyższą wartość posiadała próbka ze spękaniem. Proces niszczenia próbek zaczyna się od zmian zachodzących w inkluzjach występujących na granicach kryształów halitu. Początkowo, przy naprężeniu od 12,2 do 18,8% (Ryc. 3) wytrzymałości próbek (WP), występują powolne przemiany fazowe z nieznacznym przemieszczaniem się fluidu. Przy wzroście naprężeń ruch fluidu staje się coraz intensywniejszy aż do rozszczelnienia się granicy. W próbkach posiadających jedynie spękania i zespoły wtórnych inkluzji fluidalnych proces niszczenia rozpoczyna się od zaciskania spękań i bardzo słabo zaznaczających się przemian fazowych w inkluzjach. Następnie, obserwuje się, zaczerwienie granic wrostków anhydrytu w halicie (przy naprężeniach 23,6 – 33,0% WP), po czym powstają pierwsze spękania przy naprężeniach 30,6 – 45,3% WP (Ryc. 3). Przed zniszczeniem próbek (68,3 – 91,3% WP) następuje rozpad (rozszczelnienie) granicy lub spękania.

Pojedyncze kryształy halitu wykazały wytrzymałość powyżej 20 MPa (Ryc. 2). Największe wartości (do 50 MPa) otrzymano dla próbki A36. Jedynie dla jednej próbki cienkiej (Pr. 8C) z komory KS 1C otrzymano bardzo niską wytrzymałość (4,2 MPa). Należy zaznaczyć, że w porównaniu z innymi próbkami posiadała ona bardzo wyraźną naturalną dwójłomność.

Micro-strength of Halite Crystals

The conducted micro-strength tests under uniaxial compression showed that samples containing halite crystal boundaries (Fig. 1A) or fractures (Fig. 1C) exhibit strength values in the range of 8.7–26.8 MPa (Fig. 2), with the highest strength observed in a sample containing fractures. The failure process begins with changes occurring in inclusions located along the halite crystal boundaries. Initially, at stresses corresponding to 12.2–18.8% of the sample strength (WP) (Fig. 3), slow phase transformations occur, accompanied by minor fluid movement. As the stress increases, fluid movement becomes more intense, eventually leading to the failure of the boundary. In samples containing only fractures and clusters of secondary fluid inclusions, the failure process begins with compression of the fractures and minimal phase changes in the inclusions. This is followed by darkening of anhydrite inclusions at the halite boundaries (at stresses of 23.6–33.0% WP), after which the first fractures appear at stresses of 30.6–45.3% WP (Fig. 3). Immediately prior to sample failure (68.3–91.3% WP), the boundaries or fractures disintegrate, resulting in complete loss of cohesion.

Individual halite crystals exhibited strengths exceeding 20 MPa (Fig. 2). The highest values, up to 50 MPa, were recorded for sample A36. Only one thin sample (Pr. 8C) from chamber KS 1C showed very low strength (4.2 MPa). It should be noted that, compared to the other samples, this specimen exhibited a pronounced natural birefringence.

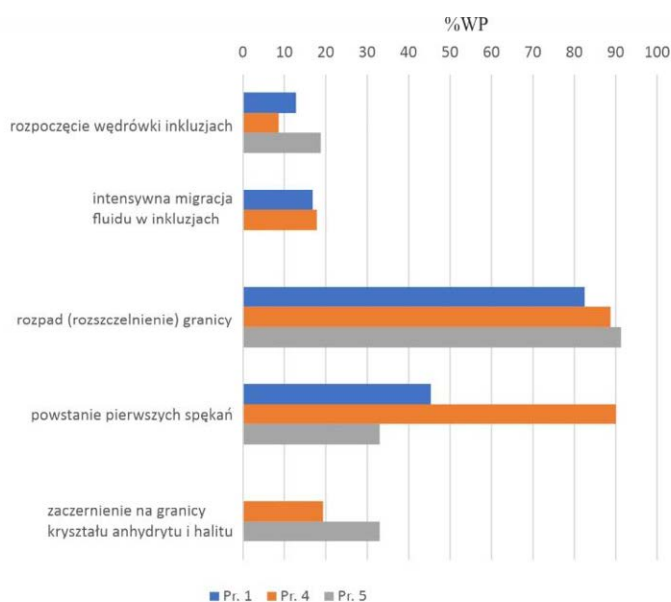


Ryc. 2. Wykres mikro-wytrzymałości na ściskanie badanych próbek.

Fig. 2. Graph of micro-compressive strength of the tested samples.

Pierwszym zjawiskiem zaobserwowanym podczas testów jednoosiowego ściskania pod mikroskopem jest pojawianie się dwójłomności. Natomiast, w kryształach posiadających naturalną dwójłomność na początku wzrostu naprężenia obserwuje się niewielkie jej zmiany polegające na zmniejszeniu się jej intensywności w jednych miejscach a zwiększeniu w innych. Pojawienie się wyraźnej dwójłomności następuje przy naprężeniach rzędu 0,6 – 15,4% WP zarówno w kryształach posiadających naturalną dwójłomność jak i nie wykazujących jej (Ryc. 4). Należy podkreślić, że zmiany dwójłomności w próbkach z naturalną dwójłomnością zachodzą przy niższych naprężeniach niż pojawienie się dwójłomności w próbkach, które jej wcześniej nie posiadały (Ryc. 4). W próbkach nie posiadających naturalnej dwójłomności początkowo zjawisko to przejawia się w formie rozjaśnionego jednolicie pola obejmującego jedynie fragment kryształu, a następnie przechodzi w pasy przebiegające pod kątem 45° w stosunku do osi kryształu (powierzchni łupliwości). Niekiedy wyraźniejsza dwójłomność pojawia się także w narożach wrostków anhydrytu. W niektórych próbkach przy dalszym wzroście naprężeń (36,9 – 78,6% WP) następuje zmiana barwy dwójłomności z białej (miejscami z odcieniem jasnoniebieskim) na żółtą, a następnie pomarańczową. Zmiana ta dotyczy jedynie fragmentów próbek i została zaobserwowana w próbce A36 i dwóch próbkach z KS 1C.

Kolejnym zjawiskiem obserwowanym wraz ze wzrostem naprężenia jest pojawianie się zaczernienia na granicach pomiędzy wrostkami anhydrytu i halitem. Zaczernienie zapoczątkowane jest przy naprężeniach rzędu 10,7 – 34,8% WP (Ryc. 5). W niektórych próbkach rozwija się ono stopniowo wraz ze wzrostem naprężeń, najczęściej na granicach między

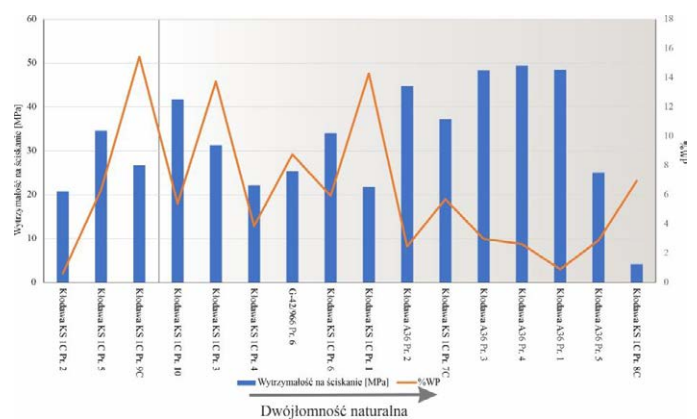


Ryc. 3. Stadia procesu niszczenia próbek z granicami pomiędzy kryształami halitu.

Fig. 3. Stages of the sample failure process with boundaries between halite crystals.

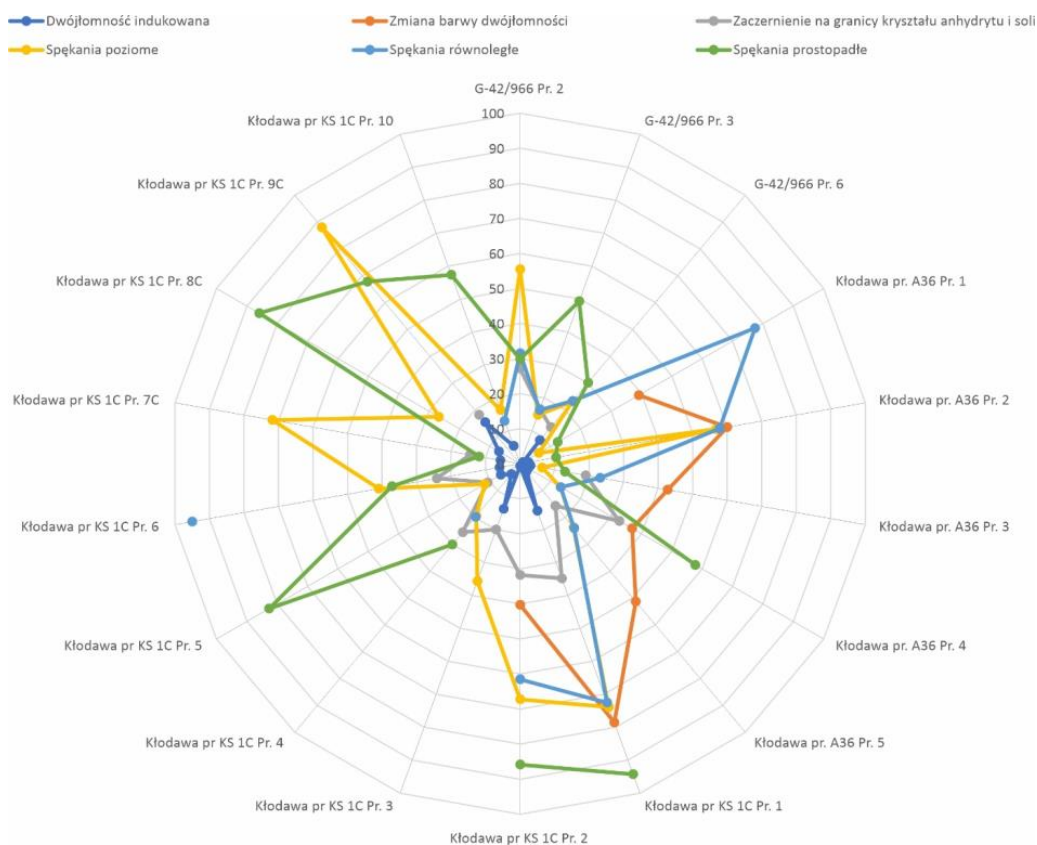
The first phenomenon observed during uniaxial compression tests under the microscope was the appearance of birefringence. In crystals exhibiting natural birefringence, small changes were initially observed at the onset of stress, manifested as a local decrease in intensity in some areas and an increase in others. Pronounced stress-induced birefringence appeared at stress levels of approximately 0.6–15.4% of the sample strength (WP) in both crystals with pre-existing birefringence and those without it (Fig. 4). It should be emphasized that changes in birefringence in samples with natural birefringence occurred at lower stress levels than the appearance of birefringence in samples that initially lacked it (Fig. 4). In samples without natural birefringence, this phenomenon initially appeared as a uniformly brightened area covering only a portion of the crystal, which then developed into bands oriented at 45° to the crystal axes (cleavage planes). Occasionally, more pronounced birefringence also appeared at the corners of anhydrite inclusions. In some samples, with further stress increase (36.9–78.6% WP), the birefringence color changed from white (sometimes with a light blue tint) to yellow and then to orange. This color change affected only parts of the samples and was observed in sample A36 and two samples from KS 1C.

The next phenomenon observed with increasing stress is the appearance of darkening along the boundaries between anhydrite inclusions and halite. This darkening begins at stresses ranging from 10.7 to 34.8% of the sample's strength (Fig. 5). In some samples, it develops gradually with increasing stress, most often along boundaries between anhydrite inclusions and halite that are oriented at a slight angle to the direction of applied force. In other samples, this phenomenon occurs abruptly and is associated with the formation of the first fractures.



Ryc. 4. Pojawienie się wyraźnej dwójłomności indukowanej naprężeniem w próbkach (próbki uszeregowano narastająco w zależności od dwójłomności naturalnej) na tle wytrzymałości na ściskanie.

Fig. 4. Appearance of distinct stress-induced birefringence in the samples (samples arranged in ascending order based on primary birefringence) against the background of compressive strength.



Ryc. 5. Stadia procesu niszczenia próbek pojedynczych kryształów halitu (wartości liczbowe wyrażone w %WP).

Fig. 5. Stages of the destruction process of single halite crystal samples (numerical values expressed in %WP).

wrostkami anhydrytu i halitu położonych pod niewielkim kątem do kierunku działania siły. W innych próbkach zjawisko to następuje gwałtownie i związane jest z powstawaniem pierwszych spękań.

Ostatnim zjawiskiem zaobserwowanym podczas testów jednoosiowego ściskania w skali mikro jest powstawanie spękań. Wyróżnione zostały trzy kierunki rozwoju spękań, które są zgodne z kierunkami łupliwości, tj., prostopadły (pionowy) do kierunku działania siły, poziomy i pionowy równoległe do kierunku przyłożenia siły. Tworzenie się pierwszych spękań zachodzi w szerokim zakresie naprężeń od 6,4% WP do 95,0% WP (Ryc. 5). Generalnie żaden z tych kierunków nie jest uprzywilejowany, tzn. w poszczególnych próbkach jako pierwsze mogą pojawiać się spękania poziome lub równoległe lub prostopadłe (Ryc. 5). Powstawanie spękań jest procesem gwałtownym, w przeciwieństwie do zjawisk zachodzących na granicach kryształów, powstawania dwójłomności czy zaczerniania granic wrostków anhydrytu. Spękaniami zawsze towarzyszy gwałtowne zmniejszanie intensywności dwójłomności w halicie.

4. DYSKUSJA

Przeprowadzone badania naturalnych kryształów halitu pobranych z soli kryształowych pochodzących z dwóch wysadów solnych wykazują przede wszystkim, że pomimo

The final phenomenon observed during the micro-scale uniaxial compression tests is the formation of fractures. Three primary directions of fracture development were distinguished, corresponding to the cleavage planes: perpendicular (vertical) to the direction of applied force, horizontal, and vertical parallel to the force direction. The formation of the first fractures occurs over a wide stress range, from 6.4% to 95.0% of the sample's strength (Fig. 5). In general, none of these directions is preferential; in individual samples, the first fractures may appear in the horizontal, parallel, or perpendicular orientation (Fig. 5). Fracture formation is a sudden process, in contrast to phenomena occurring along crystal boundaries, the development of birefringence, or the darkening of anhydrite-halite boundaries. Fracture formation is always accompanied by a rapid decrease in birefringence intensity within the halite.

4. DISCUSSION

The conducted study on natural halite crystals sampled from crystalline salts of two different salt domes primarily demonstrates that, despite their petrological similarity, they exhibit highly variable mechanical properties. Samples containing grain boundaries between halite crystals show significantly lower uniaxial compressive strength. This is related to the presence of flat fluid inclusions occupying a substantial

podobieństwa petrologicznego posiadają one bardzo zmienne parametry mechaniczne. Próbkę z granicami pomiędzy kryształami halitu mają znacznie niższą wytrzymałość na jednoosiowe ściskanie. Związane jest to z obecnością płaskich inkluzji fluidalnych zajmujących znaczną część powierzchni granicznych. Obniżają one znacznie wytrzymałość próbek, przy czym proces niszczenia próbek rozpoczyna się od granic. Podobne zachowanie zaobserwowano w próbkach skał solnych (Cyran i in. 2023, 2024a, b). Jedynie próbka 4 z wysadu Góra wykazała wyższą wytrzymałość (26,8 MPa – Ryc. 2). Wynika to z obecności dużej ilości anhydrytu na granicy kryształów halitu, co wyraźnie podnosi wytrzymałość próbek (Cyran i in., 2024a, b). Natomiast obecność wrostków anhydrytu wewnątrz badanych kryształów halitu nie wpłynęła na wytrzymałość próbek. Podczas eksperymentu obserwowano formowanie się ciemnych otoczek na granicy pomiędzy anhydrytem a halitem. Otoczki te wskazują na tworzenie się odspojień na granicy materiałów, tj. sztywniejszego anhydrytu i plastycznego halitu (Cyran i in., 2024a, b).

Obserwowane w testach mikro-wytrzymałości pojawienie się dwójłomności pod wpływem naprężenia powoduje, że pierwotnie izotropowy kryształ halitu staje się materiałem anizotropowym (Mendelson, 1961). Dwójłomność indukowana naprężeniem wskazuje na początek procesu plastycznej deformacji (Robertson i in., 1958). W przypadku badanych kryształów halitu pojawienie się dwójłomności nastąpiło w przedziale 0,6–15,4% WP (Ryc. 4). Wartości te są zgodne z wynikami eksperymentu opisanymi przez Robertson i in. (1958).

Kryształy halitu z naturalną dwójłomnością wykazywały zmiany jej intensywności w niższych naprężeniach niż naprężenia związane z pojawieniem się dwójłomności w próbkach, które nie posiadały naturalnej dwójłomności. Naturalna dwójłomność, którą obserwuje się w halicie niebieskim z kopalni soli Kłodawa jest spowodowana stresem tektonicznym (Zelek i in., 2014). Podobnie w badanych kryształach halitu, działanie stresu mogło spowodować defekty strukturalne lub zmiany symetrii sieci krystalicznej, które obniżyły próg wytrzymałości na deformacje plastyczne. Natomiast w kryształach niewykazujących naturalnej dwójłomności, które są bliższe idealnej symetrii charakterystycznej dla układu regularnego, potrzebne jest wyższe naprężenie, aby zainicjować powstanie defektów, poślizgów czy mikropęknięć i tym samym pojawienie się dwójłomności (Shlichta, 1968). Zmiana barwy dwójłomności obserwowana w niektórych próbkach podczas testów mikro-wytrzymałości odzwierciedla dalsze zmiany rozkładu naprężeń wewnątrz kryształów spowodowane plastycznymi deformacjami i relaksacją naprężeń (Robertson i in., 1958).

Obserwacje mikroskopowe prowadzone podczas wykonywania testów na jednoosiowe ściskanie wykazały ponadto, że na podstawie niejednorodnego pojawiania się dwójłom-

portion of the boundary surfaces, which markedly reduces the strength of the samples. The failure process in these samples initiates at the grain boundaries. Similar behavior has been observed in rock salt samples (Cyran et al., 2023, 2024a, b). Only sample 4 from the Góra salt dome exhibited higher strength (26.8 MPa – Fig. 2), which is attributed to the presence of a substantial amount of anhydrite at the halite crystal boundaries, significantly increasing sample strength (Cyran et al., 2024a, b). In contrast, the presence of anhydrite inclusions within the halite crystals did not affect sample strength. During the experiment, dark rims were observed forming along the halite–anhydrite boundaries. These rims indicate the initiation of debonding at the material interface, that is, between the stiffer anhydrite and the more plastic halite (Cyran et al., 2024a, b).

The stress-induced birefringence observed in the micro-strength tests causes the originally isotropic halite crystal to behave as an anisotropic material (Mendelson, 1961). Stress-induced birefringence marks the onset of plastic deformation (Robertson et al., 1958). In the halite crystals investigated in this study, birefringence appeared within the range of 0.6–15.4% of the sample strength (Fig. 4). These values are consistent with the experimental results reported by Robertson et al. (1958).

Halite crystals with natural birefringence exhibited changes in their intensity at lower stresses than those required to induce birefringence in crystals that initially lacked it. The natural birefringence observed in blue halite from the Kłodawa salt mine is attributed to tectonic stress (Zelek et al., 2014). Similarly, in the halite crystals studied, stress could have caused structural defects or changes in the crystal lattice symmetry, lowering the threshold for plastic deformation. In contrast, crystals without natural birefringence, which are closer to the ideal symmetry of a perfect lattice, require higher stress to initiate defects, slip, or microcracks, thereby inducing birefringence (Shlichta, 1968). The color changes in birefringence observed in some samples during the micro-strength tests reflect further redistribution of stresses within the crystals due to plastic deformation and stress relaxation (Robertson et al., 1958).

Microscopic observations conducted during the uniaxial compression tests further showed that the heterogeneous onset of birefringence indicates an uneven stress distribution within the crystal. This may suggest the development of domains (subgrains) in the halite crystals, as documented in the studies by Schleder et al. (2007) and Schleder and Urai (2005).

In the investigated samples, cracks were observed to develop along the crystallographic planes (100), (001), and (010), corresponding to the secondary slip systems identified in the studies by Carter and Heard (1970), Carter and Hansen (1983), and Picard et al. (2018). In contrast, stress-induced birefringence corresponded to the primary slip system along the

ności rozkład naprężeń w kryształach jest także niejednorodny może to wskazywać na rozwój domen (subziaren) w kryształach halitu które zostały udokumentowane pracach Schleder i in. (2007) oraz Schleder, Urai (2005).

W badanych próbkach obserwowano generowanie spękań wzdłuż płaszczyzn krystalograficznych (100), (001) i (010), tj. zgodnie z wtórnym systemem poślizgu wskazanym w pracach Carter, Heard (1970), Carter, Hansen (1983) i Picard i in. (2018). Natomiast dwójłomność indukowana naprężeniem była zgodna z głównym systemem poślizgu wzdłuż płaszczyzny krystalograficznej (110). Różnicę pomiędzy eksperymentem przedstawionym w tym artykule a badaniami opisanymi w literaturze (tj. Carter, Heard, 1970, Carter, Hansen, 1983 oraz Picard i in. 2018) stanowią warunki obciążania. W opisywanych w niniejszym artykule próbkach przeprowadzono testy wytrzymałości z jednoczesną obserwacją pod mikroskopem, które miały doprowadzić do ich zniszczenia. W związku z tym, próbki były obciążane szybciej niż w przypadkach przedstawionych w powyższych artykułach, co skutkowało powstaniem spękań wzdłuż płaszczyzn krystalograficznych.

5. PODSUMOWANIE

Wyniki eksperymentalnych badań na jednoosiowe ściskanie, przeprowadzonych w skali mikro na kryształach halitu, pozwoliły na sformułowanie kilku spostrzeżeń, które przedstawiono poniżej.

1. Kryształy halitu posiadają bardzo zmienne parametry wytrzymałościowe.
2. Próbki z granicami pomiędzy kryształami halitu posiadają mniejszą wytrzymałość, jeżeli na granicach występują inkluzje fluidalne. Natomiast jeżeli dominującym elementem na tych granicach jest anhydryt, to wytrzymałość jest zbliżona do wytrzymałości pojedynczych kryształów halitu.
3. Pierwszym zjawiskiem zaobserwowanym podczas badań jest pojawianie się dwójłomności. Wskazuje ona na narastanie naprężeń w kryształach i posiada niejednorodny charakter.
4. Kolejnym obserwowanym zjawiskiem jest powstawanie zaczernień na granicach wrostków anhydrytu. Są one wynikiem odspojień powstających pomiędzy sztywnym anhydrytem a bardziej plastycznym halitem.
5. Ostatnim zjawiskiem jest powstawanie spękań, które rozładują naprężenia w halicie.

(110) crystallographic plane. The main difference between the experiment presented in this article and the studies reported in the literature (Carter and Heard, 1970; Carter and Hansen, 1983; Picard et al., 2018) lies in the loading conditions. In the samples described here, uniaxial compression tests were conducted with simultaneous microscopic observation, aimed at inducing sample failure. Consequently, the samples were loaded more rapidly than in the previously cited studies, which resulted in the formation of cracks along the crystallographic planes.

5. SUMMARY

The results of the micro-scale uniaxial compression tests on halite crystals allow for several observations, which are summarized below:

1. Halite crystals exhibit highly variable strength properties.
2. Samples containing grain boundaries between halite crystals show reduced strength when fluid inclusions are present at the boundaries. Conversely, if anhydrite is the dominant component at the boundaries, the strength approaches that of single halite crystals.
3. The first phenomenon observed during the tests is the development of birefringence, indicating the accumulation of stress within the crystals and exhibiting a heterogeneous character.
4. The next observed phenomenon is the appearance of darkening along the boundaries of anhydrite inclusions, which results from debonding between the rigid anhydrite and the more plastic halite.
5. The final phenomenon is the formation of cracks, which serve to relieve stress within the halite crystals.

LITERATURA/ REFERENCE

Carter N.L., Hansen F.D., 1983. Creep of rocksalt. *Tectonophysics* 92: 275–333.

Carter N.L., Heard H.C., 1970. Temperature and rate dependent deformation of halite. *Am. J. Sci.* 269 (3):193–249.

Cyran K., Toboła T. Kamiński P., 2023. Experimental study on mechanically driven migration of fluids in rock salt. *Engineering Geology* 313, 106975.

Cyran K., Toboła T., Kamiński P. 2024a. Laboratory experiments on microscale deformation mechanisms of rock

salt. Solution Mining Research Institute Spring 2024 Conference Krakow, Poland, 22-23 April 2024.

Cyran K., Toboła T., Kamiński P. 2024b. Microfabrics impact on rock salt geomechanical diversity – an experimental investigation. *Engineering Geology* 336, 107566.

Handin J.W., Hager R.V. Jr., 1958. Experimental deformation of sedimentary rocks under confining pressure: tests at high temperature. *Am. Assoc. Pet. Geol. Bull.* 42: 2892-2934.

Mendelson S., 1961. Birefringence due to dislocations in glide bands of rocksalt single crystals. *Journal of Applied Physics* 32: 1999-2004. <https://doi.org/10.1063/1.1728279>

Picard D., Dimanov A., Raphanel J., 2012. Experimental investigation of structures and rheology on halite single-crystals: In-situ approach. *Geophysical Research Abstracts* 14, EGU 2012-2250.

Picard D., Dimanov A., Raphanel J., 2018. Plastic behavior of halite single-crystals at different temperatures and strain rates: New insights from in-situ experiments and full field measures. *Mater. Sci. Eng. A.* 732: 284-297. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.07.009>

Robertson E.C., Robie R.A., Books K.G., 1958. Physical properties of salt, anhydrite and gypsum: preliminary report.

Trace Elements Memorandum Report 1048. United States Department of the Interior Geological Survey.

Schleider Z., Urai J. L., 2005. Microstructural evolution of deformation-modified primary halite from the Middle Triassic Röt Formation at Hengelo, The Netherlands. *International Journal of Earth Sciences* 94: 941-955.

Schleider Z., Burliga S., Urai J. L., 2007. Dynamic and static recrystallization-related microstructures in halite samples from the Klodawa salt wall (central Poland) as revealed by gamma-irradiation. *Neues Jahrbuch für Mineralogie – Abhandlungen* 184 (1): 17-28.

Shlichta, P.J., 1968. Growth, deformation, and defect structure of salt crystals. *GSA, Special Papers* 88: 597-617.

Skrotzki W., Haasen P., 1981. Hardening mechanisms of ionic-crystals on (110) and (100) slip planes. *J. Phys.* 42: 3119-3148.

Zelek S., Stadnicka K., Toboła T., Natkaniec-Nowak L., 2014. Lattice deformation of blue halite from Zechstein evaporite basin: Klodawa Salt Mine, Central Poland. *Mineralogy and Petrology* 108: 619-631.