方解石岩石半脆性流动过程中的粒径效应

C. Harbord[1]**,N. Brantut**[1]**,D. Wallis**[2]

[1]地球科学系，伦敦大学学院，伦敦，英国[2]地球科学系，剑桥大学，剑桥，英国

arXiv:2302.01183v1 [physics.geo-ph] 2 Feb 2023

要点：

- 对不同晶粒尺寸方解石岩石半脆性流动的实验研究
- 晶粒尺寸对方解石岩石的半脆性流动应力起着首要控制作用
- 变形孪晶对方解石岩石强度的影响有限

通讯作者：Christopher Harbord，c.harbord@ucl.ac.uk

摘要

我们研究了半脆性状态下晶粒尺寸对方解石集合体流变行为的作用。我们对三种岩石进行三轴变形试验：索尔恩霍芬石灰岩、卡拉拉大理岩和Wombeyan大理岩，其平均晶粒尺寸分别为5–10 μm、200 μm和2 mm；试验压力范围为200–800 兆帕，温度范围为20–400°C。在所有条件下，强度和硬化速率均随晶粒尺寸减小而增加。流动应力与晶粒尺寸的倒数的1/3至2/3次方成比例。硬化速率随晶粒尺寸对数的增大而线性降低。原位超声监测显示，P波速度总体上随应变增加而降低，且在室温下的降幅比在200和 400°C时更为显著。波速降低与微裂纹形成相符，而微裂纹在低温和低压下更为普遍。微观结构观察显示，所有变形样品中均有较高的孪晶密度。孪晶密度随应力增加，这与先前的数据集一致。晶内取向差的空间分布表明，孪晶有时会阻碍位错运动，但这种作用并非普遍存在。计算得到的滑移传递统计结果表明，相较于晶界，孪晶通常是较弱的位错滑移障碍，因此其对位错累积和硬化速率的影响可能小于晶粒尺寸的影响。事实上，我们的数据表明，晶粒尺寸对方解石中的流动应力和硬化起首要控制作用，而孪晶化对这些行为的影响可能仅居次要地位。

通俗摘要

当岩石的破坏模式兼具脆性（断裂过程）和晶体塑性（单个晶粒通过晶体缺陷的移动而变形）时，其强度最高。遗憾的是，我们对这两种机制如何共同适应变形的了解有限。然而，这两种破坏模式都受晶粒尺寸影响。我们选取了三种晶粒尺寸各异的方解石岩，并在高压和高温下使其变形，以模拟脆性与晶体塑性耦合变形。方解石在变形时还会形成孪晶（晶体中的小型平面结构），这些结构可能在变形过程中增强岩石。通过在实验期间监测声波穿过岩石的速度，我们得以追踪脆性行为。我们发现，晶粒尺寸越小，强度越高。我们在所有变形样品中都观察到了孪晶，但它们似乎对最终强度影响不大。对

样品的显微观察和波速测量表明，压力和温度升高会抑制脆性行为。我们提出了一种模拟这些过程的新方法，可用于大尺度模拟脆性与晶体塑性耦合行为。

1 引言

在岩石圈浅部，岩石通过局部化脆性破坏发生变形，其强度由摩擦定律描述（Scholz, 2002年；Townend & Zoback, 2000）。在岩石圈下部，高温和高压力促进晶体塑性变形机制的启动。在此，强度由对温度（T）和应变率（$\dot{\varepsilon}$）敏感的流动定律描述（Goetze & Brace, 1972年；Evans & Kohlstedt, 1995）。在中间条件下，变形呈韧性，即在宏观上仍是分布式的（沿用 Rutter（1986年）的术语），通常称为“半脆性”，其特征是开裂与晶体塑性相互耦合。半脆性变形可能支撑岩石圈中的最高应力（Goetze & Evans, 1979年；Brace & Kohlstedt, 1980），并影响地球动力学过程（Burov, 2011）和地震成核的最大深度（Scholz, 1998年）。尽管半脆性流动意义重大，但描述这一状态下岩石流变行为的简单模型仍然匮乏，摩擦、张性开裂、位错运动、孪晶化或晶界滑动等关键过程的相对重要性也尚未得到充分约束。因此，要加深对半脆性流动的认识，我们必须首先增进对微观变形过程之间相互作用的理解。

方解石岩是构造地体的重要组成部分，在适度压力和低温条件下会转变为半脆性流动（例如，Heard，1960；Fredrich 等人，1989）。这一特性组合促使研究人员开展了大量实验室研究，探讨方解石岩在脆韧性转变过程中的流变行为（参见 Rybacki 等（2021）及其中的参考文献）。以卡拉拉大理岩为例，可以说明方解石岩的主要变形行为。卡拉拉大理岩是一种各向同性较强的纯方解石集合体，初始裂隙孔隙度较低，晶粒形状近等轴，粒径为 60–200 μm。室温下，卡拉拉大理岩在低压（$P < 30$ 兆帕）条件下呈扩容性且表现为脆性，其强度受摩擦控制。在中等压力（$30 < P < 300$ 兆帕）下，方解石岩以半脆性方式变形，且随着压力升高，强度对压力的敏感性逐渐降低（Fredrich

等人，1989）。当压力足够高（$P > 300$ 兆帕）时，强度变得不受围压影响，变形也不再发生剪胀（Edmond 和 Paterson，1972）。此外，温度升高会降低促使半脆性流动所需的压力（Rybacki 等（2021））。Edmond 和 Paterson（1972）以及 Fischer 和 Paterson（1989）报告了方解石岩变形过程中体积应变的原位变化，发现剪胀会随压力升高而减弱。此外，当强度不受压力影响时，样品体积保持不变（Edmond 和 Paterson，1972）。近期，Schubnel 等人（2005）和 Rybacki 等（2021）测量了原位P 波速度（V p），并证实压力升高会抑制变形过程中波速的下降。因此，原位测量结果支持微观结构观察所揭示的现象，即压力升高会抑制开裂和摩擦滑动，同时促进晶体塑性过程。

对半脆性状态下变形的方解石岩石进行微观结构观察发现，分布式开裂、孪晶化和位错运动共同作用以容纳应变（Fredrich 等，1989）。事后 裂纹密度随围压增加而降低（Fredrich 等，1989）；当强度不再取决于围压时，裂纹密度趋近于零。此外，在低于 800° C 的条件下变形的方解石岩石中存在变形孪晶（Rybacki 等，2021），且孪晶间距取决于应力（Rowe & Rutter，1990）。晶粒尺度的详细应变测量表明，孪晶化容易发生在取向良好的晶粒中（即孪晶施密德因子较高的晶粒），而且这可能与局部背应力有关，该背应力会导致孪晶晶粒硬化（Spiers，1979）。此外，微尺度应变制图还表明，在温度为 < 800°C 时，剪切也会沿晶界局部化，这可能说明晶界滑动是一种可能的变形机制（Quintanilla-Terminel 等，2017）。

方解石岩石半脆性流动的另一种常见流变行为是应变硬化，这种行为可持续至高温（< 800°C，见 Rybacki 等，2021年）。在低温下，应变硬化可能源于跨越分布式缺陷（如晶界）的微观摩擦滑移（例如 David 等，2020年）。在位错介导的变形机制中，应变硬化是由于回复机制效率低下（例如，缺乏位错攀移）导致位错密度增加而产生的（Mecking 和 Kocks，1981年），并且对应微观组织较为敏感。特别是，晶界可作为阻碍位错运动的屏障，从而导致强度增加，并且有时

对于大多数金属（晶粒尺寸强化，见 Cordero 等，2016年）以及一些地质材料（例如橄榄石，Hansen 等，2019年），随着晶粒尺寸减小，硬化速率会增加；此外，方解石岩石中的应变硬化也被认为受孪晶化控制（Rybacki 等，2021年）。孪晶可能不会对总应变产生显著贡献，但它们可以通过提供额外的位错障碍间接控制强度和硬化。事实上，透射电子显微镜观察显示，孪晶界邻近区域的位错密度有所升高（Barber 和 Wenk，1979年；Fredrich 等，1989年；Rybacki 等，2021年）。在冶金学文献中（De Cooman 等，2018年），孪晶所提供的额外硬化通常称为孪晶诱发塑性，即 TWIP。TWIP源于对高锰钢的观察：变形孪晶的形成会导致高硬化速率和高延性（De Cooman 等，2018年）。这些金属中的硬化速率归因于“动态霍尔-佩奇效应”，其中孪晶细化晶内微观结构，从而缩短位错平均自由程。在这种情况下，孪晶间距在很大程度上控制强度和硬化，进而限制对晶粒尺寸的灵敏度。

因此，方解石岩的半脆性状态以多种相互作用的变形机制为特征。量化每种机制对整体流变行为相对贡献的一种方法，是检验通常的压力、温度条件和施加应变率之外其他独立变量的影响。晶粒尺寸便是其中一个变量。在室温下，随着晶粒尺寸减小，屈服应力（σy）和半脆性变形的转变压力都会升高（Olsson，1974年；Fredrich 等人，1990年）。晶粒尺寸也会影响在高温位错蠕变区间测试的大理岩强度，这可能与 Hall-Petch效应相符（Renner 等人，2002年）。在孪晶化普遍发生的高压中温范围（$P > 200$ 兆帕，$T < 400$℃）内，孪晶诱发塑性模型表明，强度主要受孪晶密度而非晶粒尺寸控制（Rybacki 等，2021）。为检验这一假设，本文探讨晶粒尺寸对方解石岩半脆性流变行为及脆塑性转变的作用，并与孪晶密度的作用进行比较。

我们在一系列压力（$P \leq 800$ 兆帕）和温度（≤ 400℃）条件下开展了实验，所用方解石岩石的晶粒尺寸跨越两个数量级：索尔恩霍芬石灰岩（晶粒尺寸小于 10 μm）、卡拉拉大理岩（晶粒尺寸约为 100 μm）和 Wombeyan大理岩（晶粒尺寸约为 1 毫米）。实验

表 1. 起始材料的成分和物理性质

	索尔恩霍芬石灰岩	卡拉拉大理岩	Wombeyan大理岩
缩写	SL	CM	WM
成分	>99% $CaCO_3$	>99% $CaCO_3$	96% $CaCO_3$ 2.5% $MgCO_3$
孔隙率 (%)	4%	<0.5%	<0.5%
d (毫米)	0.005–0.01	0.06–0.22	1–2
初始 Vp (米·秒$^{-1}$)	5600	5900	-

还结合了原位轴向平行的P波速测量和事后微观结构研究，以推断变形机制。我们发现，晶粒尺寸对强度和硬化速率均具有一阶影响，而孪晶的影响仅是间接的，且可能小于TWIP模型所预期的程度。

2 方法

2.1 样品材料

选取了三种方解石岩石进行实验，其晶粒尺寸 D跨越三个数量级。索尔恩霍芬石灰岩是一种石版石灰岩，晶粒尺寸为5–10 μm（French 等，2022），由 >99.9%方解石组成，初始孔隙率（采用氦气比重法测定）为4%（Baud 等，2000）。卡拉拉大理岩是一种中粒大理岩，具有尺寸为60–220 μm的等轴颗粒，由 >99.9%方解石组成，孔隙率为 <0.1%。在起始材料中，大多数晶粒至少具有一组孪晶。Wombeyan大理岩是一种粗粒大理岩，晶粒尺寸为1–2 毫米，由96 %方解石组成。晶粒呈等轴状，通常至少在一个晶面上发育孪晶，初始孪晶密度为60 mm^{-1}。该材料由澳大利亚国立大学的 Ian Jack-son 提供，与 Paterson（1958）所使用的岩石相同。有关更多岩相学细节，请参见表1。

2.2 力学测试

共进行了 42 次实验，使用的是设在伦敦大学学院的“Murrell”气体介质三轴实验装置（Harbord 等人，2022）。整形岩芯，10

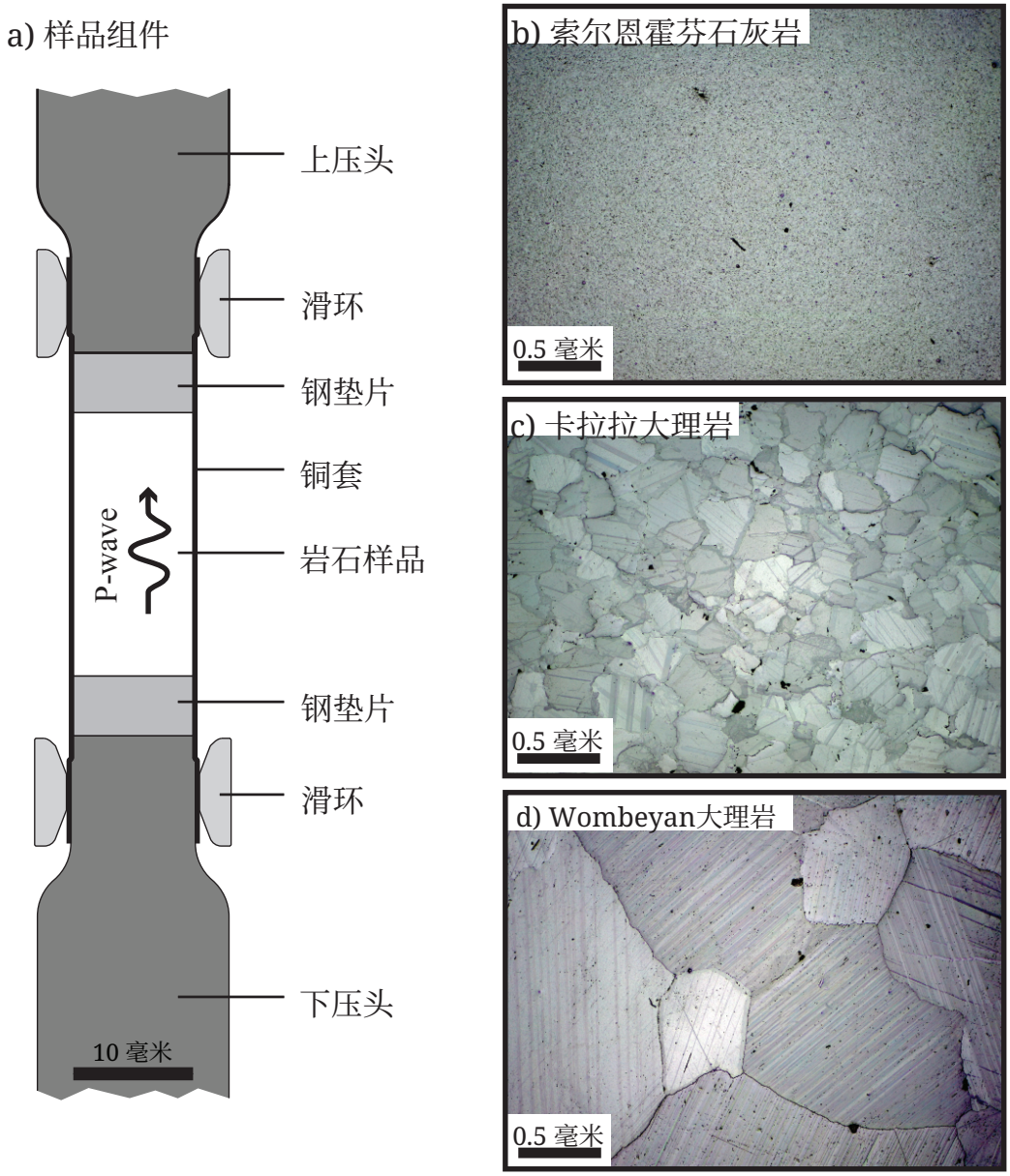


图1. (a) 压力容器内样品几何形状的细节。插图 (b)–(d)：(b) 索尔恩霍芬石灰岩、(c) 卡拉拉大理岩和 (d) Wombeyan大理岩的初始样品微观结构偏振入射光图像。

直径为 1 毫米、长度为 22 毫米的样品在测试前于 70℃ 下放入烘箱中干燥至少 24 小时。样品装入壁厚为 0.1 毫米的退火铜套中，并使用滑环将其压套到变形压头上（图1a）。套有铜套的样品被装入压力容器中，并使用氩气加压至目标围压。此处，围压提供中间主应力和最小主应力。在整个测试过程中，测得的压力始终保持在目标压力的 5% 以内。使用内置炉将样品加热至 200℃ 和 400℃。轴向载荷沿垂直方向施加，从而产生差应力 σ。轴向应力由外部负荷传感器测量，轴向缩短量则由一对线性可变位移传感器测量。随后，通过以恒定规定缩短速率 0.22 μm s^{-1} 移动的活塞施加轴向变形，该速率相当于应变率 10^{-5} s^{-1}。所有样品均变形至总应变 7.5%。测试条件的详细列表见表3。

2.3 数据处理

对力学数据进行了若干修正。从载荷测量值中扣除了密封摩擦和套管强度（如 Harbord 等人（2022）所述），并从缩短量测量值中扣除了机器柔度造成的位移。将修正后的力除以样品横截面积，计算样品承受的差应力；假设样品体积恒定，因此横截面积随变形线性增加。随后对力学数据作进一步处理，通过对1%应变移动窗口内的应力数据进行数值微分，估算切线模量（$h = \delta\sigma/\delta\varepsilon$）。变形过程中密封摩擦的不确定性会导致硬化模量产生误差，该误差为报告值的 <20%。屈服应力（σ_y）定义为应力达到某一值时的应力，此时 h 降至由弹性加载确定的样品特定杨氏模量的90%。

2.4 原位P波速度测量

原位P波速度是在对索尔恩霍芬石灰岩和卡拉拉大理岩进行的试验中测量的。变形过程中，采用脉冲透射法沿样品轴向进行测量（Birch，1961）。试验期间每隔 10 s，向安装在下压头中央的锆钛酸铅陶瓷圆盘发送一个电压为 200 V、持续时间为 0.4 μs、频率为 2.5 MHz 的脉冲，该脉冲由安装在

样品组件顶部中央的换能器接收，并以 100 MHz 的采样频率进行数字记录（详情参见 Harbord 等人，2022）。通过叠加每个时间间隔内的 256 条原始波形，提高了信噪比。采用互相关法，相对于参考波形计算轴向 P 波速度的变化，并按照 Harbord 等人（2022）所述方法校正界面延迟。P波速度测量结果以波速变化（ΔV）表示，并以加载开始时测得的波速（V_0）为基准进行归一化。随后重复进行了部分变形试验，结果发现波速变化具有可重复性（见补充材料图 S1）。

为深入了解样品在变形后返回环境压力过程中所处的微观结构状态，我们在去除差应力后，并在整个分阶段减压过程中继续进行波速测量。减压过程中波速的变化量化为波速的相对变化（ΔV），并以变形结束时测得的波速（V_{final}）进行归一化；对于在高温下进行的实验，则以样品冷却后的波速为准。这些测量还辅以后期对样品在室压（0.1 兆帕）下波速的测量。

2.5 显微结构分析

2.5.1 光学显微镜观察

为研究变形显微结构，我们选取样品，将其包埋于环氧树脂中，沿平行于变形轴的方向制备截面并进行抛光。此外，还制备了一组薄片，用于可见光显微镜观察。使用配备 ICC50 相机的 Leica DM750P 显微镜，通过透射光和反射光进行成像。为量化每个样品中晶内裂缝的普遍程度，我们采用了 Fredrich 等（1989）提出的方法。使用反射光以$\times 4$ 倍放大倍率对样品进行成像，并统计裂纹（不包括晶界）与边长为 2 mm、网格间距为 0.2 mm 的方格网之间的交点数。根据这些计数结果，确定单位体积裂纹表面积，即 S_{v}（$\mathrm{mm}^2/\mathrm{mm}^3$）。

2.5.2 电子显微镜技术

扫描电子显微镜分析使用了伦敦大学学院的 Jeol JSM-6480LV 扫描电子显微镜（SEM），以及一台蔡司 Gemini 300

位于剑桥大学的场发射枪扫描电子显微镜。使用牛津仪器 Symmetry探测器和 AZtec 4.0采集软件采集电子背散射衍射（电子背散射衍射）图样和前向散射电子图像。表2列出了各电子背散射衍射数据集的采集参数。所有衍射图样均以较低的探测器增益采集。常规电子背散射衍射数据集采集时，减少了衍射图样中的像素数量，以提高成图速度。高角分辨率电子背散射衍射（高分辨率电子背散射衍射）数据集则使用探测器允许的最大像素数采集。

高分辨率电子背散射衍射是一种后处理技术，通过分析衍射图样的畸变来测量晶格旋转以及弹性应变的晶粒内非均质性（Wilkinson 等，2006；Britton和Wilkinson，2011，2012年）。Wallis 等人（2019）详细介绍了该技术，以下概述其要点。在每个成图区域内，手动从宿主晶粒中选取一个衍射图样作为参考花样，选择依据是衍射图样的质量及其在图中的位置。从宿主晶粒内的所有衍射图样中提取100个大小为 256×256 像素的感兴趣区域。将每个衍射图样中的感兴趣区域与参考花样中的相应区域进行互相关，以确定它们的位置偏移。依据Wilkinson等（2006）的方法，在未变形硅单晶上进行标定，以校正由电子束扫描引起的衍射图样偏移；并利用在一系列探测器插入距离下采集的衍射图样对花样中心进行标定（Maurice等，2011）。对每个衍射图样中的偏移场拟合变形梯度张量。将变形梯度张量分解为对称部分和反对称部分，分别得到弹性应变张量和旋转张量（Wilkinson等，2006）。我们采用Britton和Wilkinson（2012）的花样重映射方法：首先通过互相关测量晶格旋转，并据此将每个花样旋转回参考花样的取向；随后再次进行互相关，以测量弹性应变和对旋转进行小幅校正。根据胡克定律将弹性应变转换为应力。测得的应力是相对于参考点处未知应力状态的，因此得到的是晶粒内应力非均质性图，而非绝对应力值。我们从每个测量值中减去成图区域内应力张量各分量的算术平均值，使最终图件呈现相对于未知平均应力状态的应力非均质性

（Mikami等，2015）。此外，利用晶格旋转的空间梯度估算几何必需位错（GND）的密度。根据J. H. De Bresser和Spiers（1997）总结的滑移系，对各类位错的密度进行拟合，以匹配可测得的晶格曲率分量；该方法沿用了Wallis等人（2019）应用于石英的方法。我们强调，应力非均质性与几何必需位错密度是独立确定的，分别由变形梯度张量不同的对称部分和反对称部分推导而来。若数据点的互相关函数平均归一化峰值高度为 <0.3，或拟合的变形梯度张量平均角误差为 >0.004弧度，则将其剔除（Britton和Wilkinson，2011）。

我们分析了应力非均质性的概率分布，以评估这些应力是否由位错产生。位错群体的应力场概率分布具有一种特征形式：其尾部偏离正态分布，朝向较高应力方向延伸（Jiang 等人，2013；Wilkinson 等人，2014）。我们使用正态概率图来判断是否存在这些尾部；在这种图中，累积概率轴经过缩放，使正态分布呈直线。重要的是，如果应力 σ 由位错产生，概率分布的尾部 $P(\sigma)$ 具有特定形式：$P(\sigma) \rightarrow C\rho|\sigma|^{-3}$，其中 C 是一个常数，取决于材料、位错类型以及所考虑的应力分量；ρ 是位错总密度（Groma & Bak´o，1998；Wilkinson 等人，2014）。为检验测得的应力场是否呈现这种形式，我们计算受限二阶矩 ν_2。该指标基于应力受限区间上的积分来表征概率分布的形状，计算方式为 $\nu_2(\sigma) = \int_{-\sigma}^{+\sigma} P(\sigma)\,\sigma^2\,d\sigma$（Wilkinson 等人，2014；Kal´acska 等人，2017）。如果应力概率分布的尾部呈现位错群体预期的形式 $P(\sigma) \propto |\sigma|^{-3}$（Wilkinson 等人，2014；Kal´acska 等人，2017），那么在高应力下，ν_2 对 ln（σ）作图将成为一条直线。我们将此分析应用于应力张量的 σ_{12} 分量，因为该分量受样品切片的影响最小，且属于能够对位错施加滑移力的剪应力（Wallis 等人，2019）。近期，Wallis 等人（2021，2022）已将这一方法应用于橄榄石。我们还在这些图中加入了 Wallis 等人（2022）测量的未变形硅晶圆数据，以指示应力测量的噪声水平。

表2. 各图的电子背散射衍射采集参数

图	实验	岩性	步长 (μm)	图 (X×Y)	电子背散射衍射花样像素 (X×Y)
图11a	Run0119	WM	15	480×110	622×512
图11b	Run0093	CM	2	479×359	622×512
图 11c	Run0167	SL	0.15	250×191	622×512
图 12a	Run0093	CM	2	479×359	622×512
图 12b	Run0093	CM	0.5	450×470	622×512
图 12c	Run0093	CM	0.5	340×285	622×512
图12d	Run0093	CM	0.5	560×560	622×512
图13a	Run0093	CM	0.2	260×175	1244×1024
图13b	Run0093	CM	0.15	300×130	1244×1024

2.5.3 孪晶密度测量

孪晶密度通过结合前向散射电子图像和电子背散射衍射图进行测量。对于每个报告了孪晶密度的样品，我们在具有代表性的前向散射电子图像中选取了20至60个晶粒，并测量了垂直于所选孪晶组的孪晶间距和孪晶宽度。利用同一区域的电子背散射衍射图，我们确定了每个晶粒和活性孪晶组的取向，并根据孪晶面法线与截面法线之间的夹角，对测得的孪晶宽度和间距进行校正（采用的程序与 Rutter 等人，2022 相同）。

3 结果

3.1 力学数据和原位 P波速度

3.1.1 一般特征

在所测试材料和条件范围内，应力-应变行为和原位P波速度的变化在定性上相似（图 2），且具有典型的韧性行为特征。以在 $P = 600$ 兆帕和 T =20°C 条件下的卡拉拉大理岩为例（图 2b，深蓝色实线），力学数据的特征是在低应变（$\varepsilon < 0.5\%$）下应力迅速线性增加，这代表弹性加载；在此过程中，P波速度相对恒定（图 2b，深蓝色虚线）。超过

表 3. 在多种条件下开展的实验一览。标有 * 的测试还测量了平行于试样轴的 P波速度。

实验	岩性	P (兆帕)	T (°C)	σ_5 (兆帕)	h_5 (吉帕)
Run0147*	索尔恩霍芬石灰岩	207	20.1	466	0.34
Run0149*	索尔恩霍芬石灰岩	416	20.4	535	1.57
Run0150*	索尔恩霍芬石灰岩	628	19.8	517	1.85
Run0152*	索尔恩霍芬石灰岩	225	195	437	1.25
Run0153*	索尔恩霍芬石灰岩	440	180	474	2.22
Run0154*	索尔恩霍芬石灰岩	217	393	436	1.36
Run0162*	索尔恩霍芬石灰岩	435	394	456	1.56
Run0167*	索尔恩霍芬石灰岩	610	186	474	2.54
Run0168*	索尔恩霍芬石灰岩	617	398	416	1.84
Run0075	卡拉拉大理岩	200	19.8	344	1.22
Run0078	卡拉拉大理岩	405	19.8	-	-
Run0084	卡拉拉大理岩	615	19.8	386	1.83
Run0086	卡拉拉大理岩	236	197	187	0.73
Run0089	卡拉拉大理岩	366	204	272	1.91
Run0090	卡拉拉大理岩	213	390	203	0.82
Run0091	卡拉拉大理岩	378	405	186	0.72
Run0093	卡拉拉大理岩	599	192	295	1.37
Run0094	卡拉拉大理岩	594	401	198	0.65
Run0095	卡拉拉大理岩	602	206	-	-
Run0097	卡拉拉大理岩	597	204	-	-
Run0098	卡拉拉大理岩	769	20.1	377	1.67
Run0129*	卡拉拉大理岩	403	17.6	385	1.67
Run0131*	卡拉拉大理岩	202	18.1	335	1.12
Run0132*	卡拉拉大理岩	407	18.2	354	1.31
Run0137*	卡拉拉大理岩	556	19.1	378	1.73
Run0138*	卡拉拉大理岩	220	172	267	1.41
Run0141*	卡拉拉大理岩	241	387	221	1.22
Run0143*	卡拉拉大理岩	579	20.2	376	1.63
Run0145*	卡拉拉大理岩	417	370	222	0.93
Run0163*	卡拉拉大理岩	616	171	247	1.58
Run0164*	卡拉拉大理岩	622	368	255	1.28
Run0165*	卡拉拉大理岩	391	195	321	2.17
Run0166*	卡拉拉大理岩	188	183	306	1.71

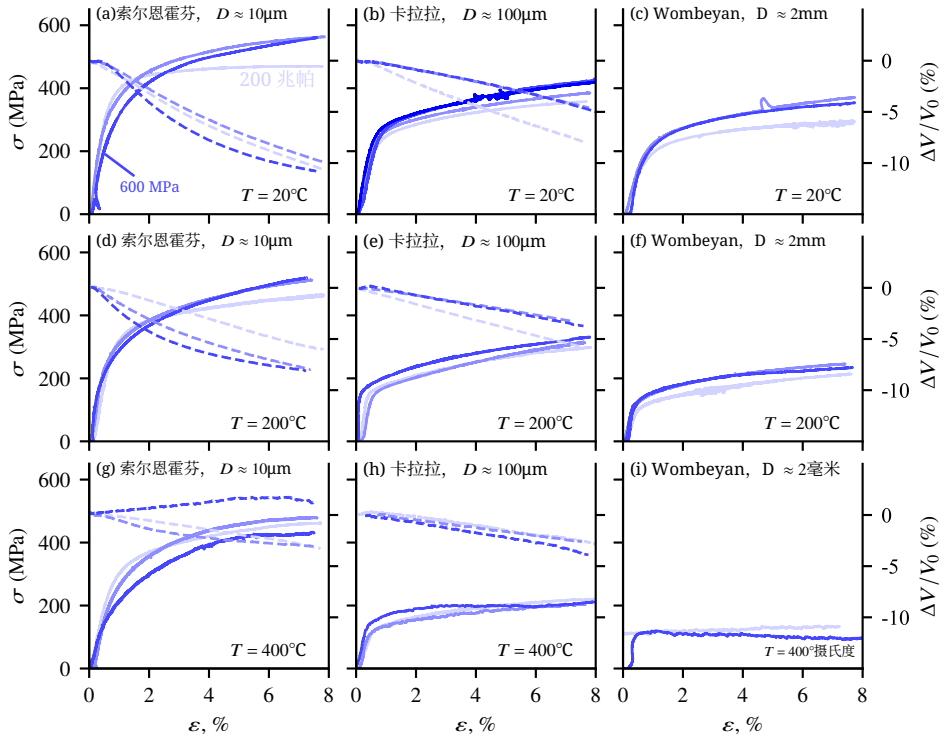


图 2. 恒定应变率实验中测得的差应力（σ，实线）和归一化 P 波速度（$\Delta V/V_0$，虚线），实验压力分别为 $P = 200$、400、600 和 800 兆帕，蓝色强度依次递增；温度分别为 20、200 和 400° 摄氏度，在图中由上至下递增。图 (a)、(d) 和 (g) 分别对应在 20、200 和 400° 摄氏度下对索尔恩霍芬石灰岩进行的实验。图 (b)、(e) 和 (h) 分别对应在 20、200 和 400° 摄氏度下对卡拉拉大理岩进行的测试。图 (c)、(f) 和 (i) 分别对应在 20、200 和 400° 摄氏度下对 Wombeyan大理岩进行的测试。

当应力约为 250 兆帕时，应力随应变的增加速率开始下降，同时 P波速度也开始降低。当应变超过约 1.5% 后，应力继续随应变近似线性增加，同时波速持续下降。在所有测试条件下，所有样品均呈现类似的定性行为，但屈服应力和硬化程度存在定量差异。

几乎在所有测试条件下都观察到应变硬化（图2），唯独在 $T = 400$℃ 下变形的 Wombeyan大理岩例外（图2i，实线）。从 20℃ 到 200℃，硬化速率不受温度升高的影响；然而，在 $T = 400$℃ 下，所有岩性的硬化模量都较低。

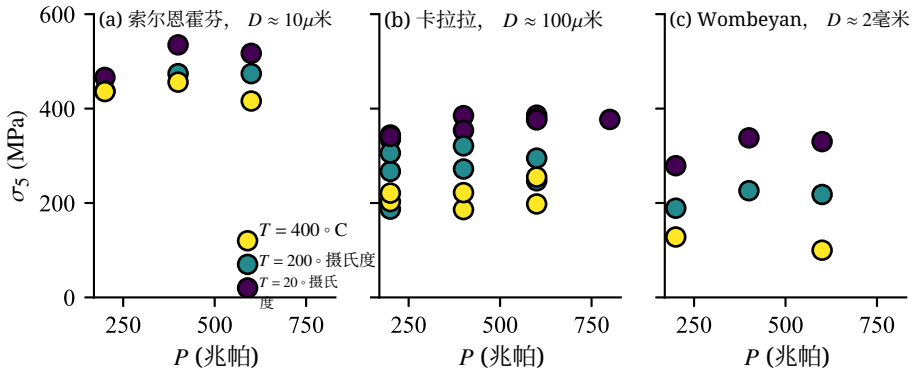


图3. 在温度为20、200和400°°C时，索尔恩霍芬石灰岩(a)、卡拉拉大理岩(b)和Wombeyan大理岩(c)在5%应变下的差应力(σ_5)随围压变化的关系。所有测试均在应变率为 10^{-5} s^{-1}的条件下进行。

3.1.2 压力和温度的影响

所有受测岩石的绝对强度，即 给定应变下的差应力，均随温度升高而降低。高压（400 和 600 MPa）下的温度敏感性高于低压下；Wombeyan大理岩的温度敏感性也高于卡拉拉大理岩和索尔恩霍芬石灰岩（图3）。

卡拉拉大理岩和 Wombeyan大理岩的强度和屈服应力通常会随着压力升高而增加（图3）。然而，超过某一压力阈值后，强度似乎不再受压力影响。对于卡拉拉大理岩，在 600 MPa 和 800 MPa 下进行的测试没有定量差异，而在 400 MPa 和 600 MPa 下进行的测试之间只能检测到微小差异。对于 Wombeyan大理岩，压力高于 400 MPa 后，强度几乎不再变化。随着温度升高，卡拉拉大理岩和 Wombeyan大理岩的强度对压力的灵敏度降低；温度越高，强度在越低的压力下便不再受压力影响。卡拉拉大理岩和 Wombeyan大理岩的硬化速率也会随着压力升高而增加，但温度为 400°C 时例外，此时硬化速率不受压力影响。

索尔恩霍芬石灰岩在强度的压力依赖性方面与其他岩性存在一些差异。在所有条件下，索尔恩霍芬石灰岩的屈服应力均随着压力升高而降低，这与其他岩性相反。在

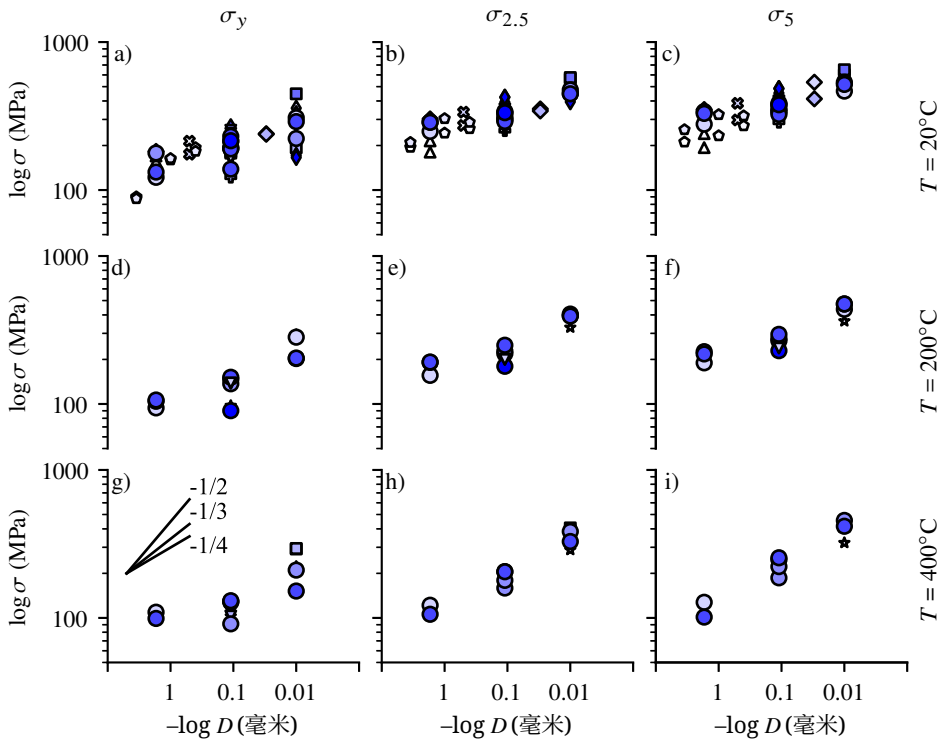


图4。 屈服应力（σ_y）、应变为 2.5% 时的差应力（$\sigma_{2.5}$）和应变为 5% 时的差应力（σ_5）随晶粒尺寸的变化。圆圈表示本研究获得的数据，其他符号取自文献（标签列表见表4）。

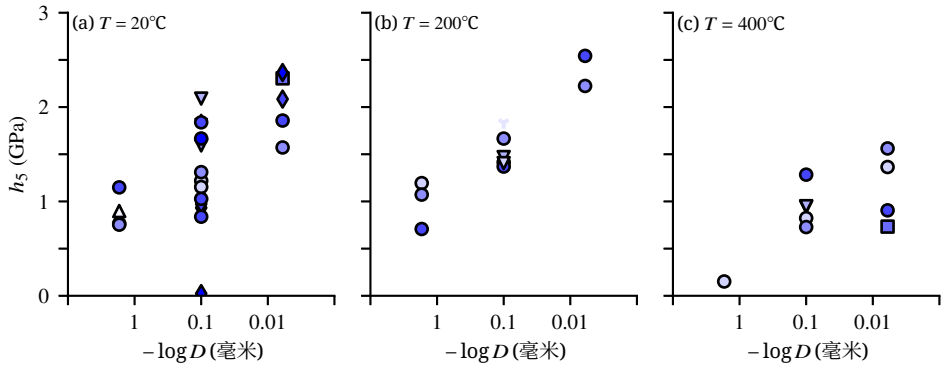


图5。 5%应变下的硬化模量与晶粒尺寸的关系，温度分别为（a） 20°C、（b） 200°C和（c） 400°C。圆圈表示本研究获得的数据，其他符号取自文献（符号列表见表4）。

相比之下，在5%应变下，索尔恩霍芬石灰岩的强度随压力从200兆帕升高至400兆帕时略有增加，但在600 MPa时降低（图3a）。

波速变化还取决于压力和温度。在索尔恩霍芬石灰岩和卡拉拉大理岩中，随着应变增加，轴向P波速度的降低幅度在较高温度下均较小。例如，在压力为200兆帕、应变为7。5%的卡拉拉大理岩中，温度为 20°C时，相对波速降低8%（图2b），而温度为 400°C时降低2.5%（图2h）。在卡拉拉大理岩中，在所有温度下，增加压力都会导致变形过程中波速降低幅度减小。相比之下，在温度为 20°C和 200°C时，索尔恩霍芬石灰岩的最终波速降幅随压力增加而增大（图2a、d）。

3.1.3 晶粒尺寸的影响

晶粒尺寸对力学行为有显著影响。无论测试条件如何，索尔恩霍芬石灰岩始终是强度最高的材料，而Wombeyan大理岩的强度最低（图2和图4）。例如，在温度为 20°C、压力为600 MPa的条件下，应变达到7.5%时，索尔恩霍芬石灰岩、Car-rara大理岩和Wombeyan大理岩的应力分别为570 MPa、400 MPa和310 MPa（图4）。

应变增加会进一步促进晶粒细化强化。例如，在 20°C 温度下，所测试晶粒尺寸范围内的应力范围在屈服应力时为 $\sigma_{\mathrm{y}} = 100$–300 MPa，在 2.5% 应变时为 $\sigma_{2.5} = 250$–500 MPa，在 5%

表4. 图4和图5所示文献数据的参考文献汇总。

参考文献	岩性	晶粒尺寸	图例
Paterson（1958）	Wombeyan大理岩	1–2 毫米	△
Heard（1960）	索尔恩霍芬石灰岩	6–10 微米	□
Edmond 和 Paterson（1972）	索尔恩霍芬石灰岩	6–10 μm	◊
Edmond 和 Paterson（1972）	卡拉拉大理岩	60–120 μm	◊
Fredrich 等（1989）	卡拉拉大理岩	60–120 μm	✣
Rybacki 等（2021）	卡拉拉大理岩	60–120 μm	▽
Fredrich 等（1990）	Wombeyan大理岩	1–2 毫米	◇
Donath 和 Fruth（1971年）	Beldens 大理岩	0.5 毫米	⛒
Mogi（1964年）	Yamaguchi“细粒大理石”	0.4 毫米	⬠
Mogi（1964年）	Mito 大理石	1 mm	⬠
Mogi（1964年）	Yamaguchi“粗粒大理石”	3.5 毫米	⬠
Rutter（1974年）	索尔恩霍芬石灰岩	6–10 微米	☆

应变时为 {v4}–600 MPa（图4）。这一观察结果与硬化模量的测量结果一致：在所有测试温度下，硬化模量均随晶粒尺寸减小而增大（图5）。

波速演化也对晶粒尺寸敏感，这一点可通过比较索尔恩霍芬石灰岩与卡拉拉大理岩的行为看出。在给定的一组条件下，索尔恩霍芬石灰岩的波速总体降幅几乎总是大于卡拉拉大理岩。例如，在 $T = 20$°C、 $P = 600$ 兆帕和 $\varepsilon = 7.5$%条件下，卡拉拉大理岩中的波速变化为 -5%（图 2b），而索尔恩霍芬石灰岩中的波速变化为 -11%（图 2a）。晶粒尺寸依赖性的唯一例外出现在 $T = 400$°C和 $P = 600$兆帕条件下。在这些条件下，最终相对波速变化在 ε =7.5%时，索尔恩霍芬石灰岩中为 $+2$%（图 2g），卡拉拉大理岩中为-2%（图 2h，深蓝色虚线）。

3.2 减压期间的波速变化

减压期间，波速始终显著降低（图 6）。在索尔恩霍芬石灰岩中，减压初期直至约 400 兆帕时，P波速度基本保持不变。进一步减压会导致波速降低，

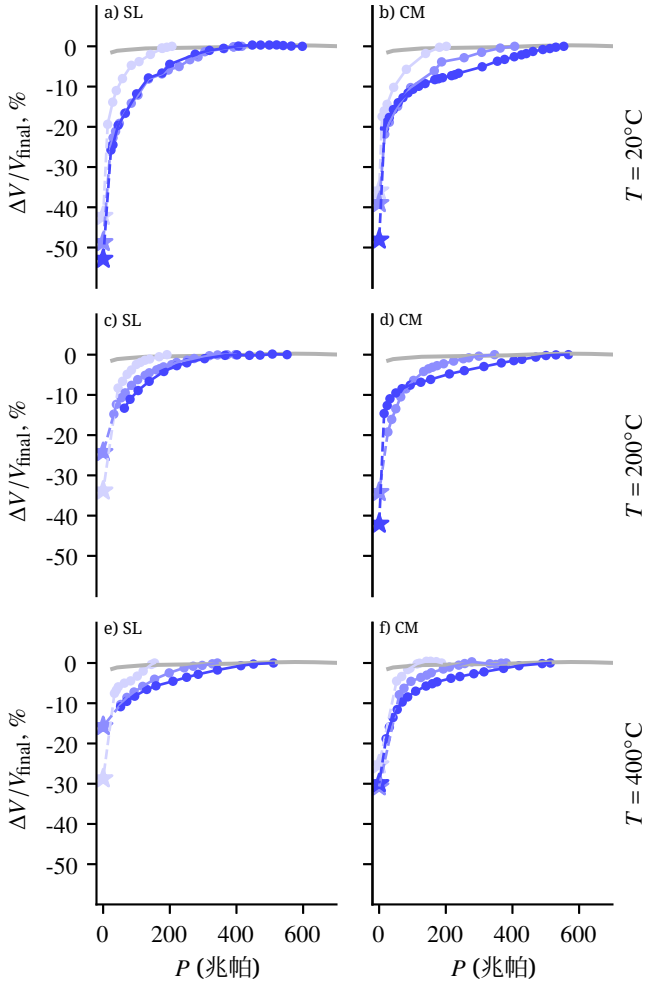


图 6. 相对于每次实验卸载阶段及样品冷却后测得的最终波速（V_{final}）的 P 波速度相对变化。星号表示样品回收后在大气压下测得的波速。灰色曲线表示在相同压力范围内对熔融石英空白样品进行的波速测量。

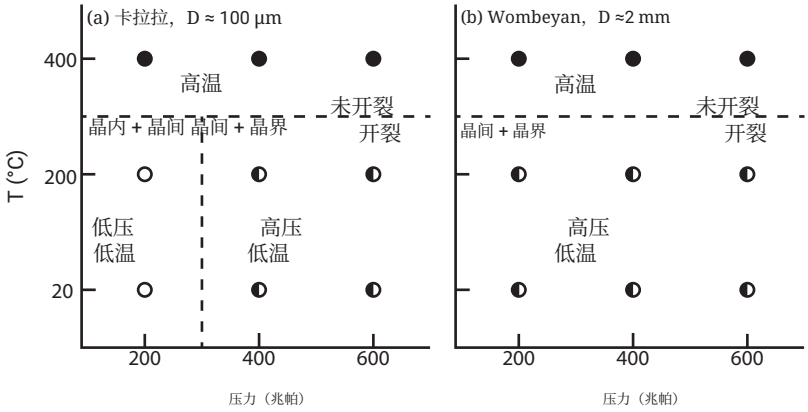


图 7. 变形样品中识别出的微观结构机制范围。

在低于 200 兆帕的压力下，波速会显著降低。室温下变形的样品，其回收材料的波速仅为减压前、变形后测得波速的 50%。高温下变形的样品中，这种降幅则较小：在 T =200° C 时约为 25–35%，在 $T = 400$°C 时约为 15–30%。卡拉拉大理石的整体表现大致相似，但在定量方面存在一些显著差异。压力一开始降低，波速便随即下降，即使是在 $P = 600$ 兆帕下进行的试验中也是如此（图 6b、d）。P波速度降幅最显著的特征压力约为 100 兆帕。变形温度的影响与索尔恩霍芬石灰岩中观察到的情况相似：变形期间的高温会使减压过程中波速的降低幅度更小。

3.3 微观结构

3.3.1 脆性特征

对变形样品中裂纹的系统观察表明，根据变形条件可分为三种不同的变形机制（图 7）。低压低温状态和高压低温条件下均以裂纹为特征，而高温条件下则没有裂纹。

在观察到裂纹的低温条件下，裂纹会与孪晶相互作用。常见的现象是密集排列的裂纹局限于单个孪晶片层内（图-

表5. 选定样品中的裂隙密度， S_v，即根据 Underwood（1970年）提出的方法，通过体视学测量确定的裂纹体积数量

样品	岩性	压力	温度	S_v (mm^2/mm^3)
Run0075	卡拉拉	200	19.8	18.73
Run0078	卡拉拉	405	19.8	7.31
Run0084	卡拉拉	615	19.8	2.28
Run0086	卡拉拉	236	197	7.60
Run0090	卡拉拉	213	390	2.05
Run0093	卡拉拉	599	192	7.82
Run0094	卡拉拉	594	401	1.30
Run0098	卡拉拉	769	20.1	4.60
Run0104	Wombeyan	206	19.3	4.02
Run0106	Wombeyan	595	20.2	0.33
Run0110	Wombeyan	231	207	1.51
Run0119	Wombeyan	609	187	0.49
Run0120	Wombeyan	408	19.2	1.60
Run0121	Wombeyan	428	190	0.35
Run0124	Wombeyan	233	408	0.47
Run0126	Wombeyan	574	416	0.36

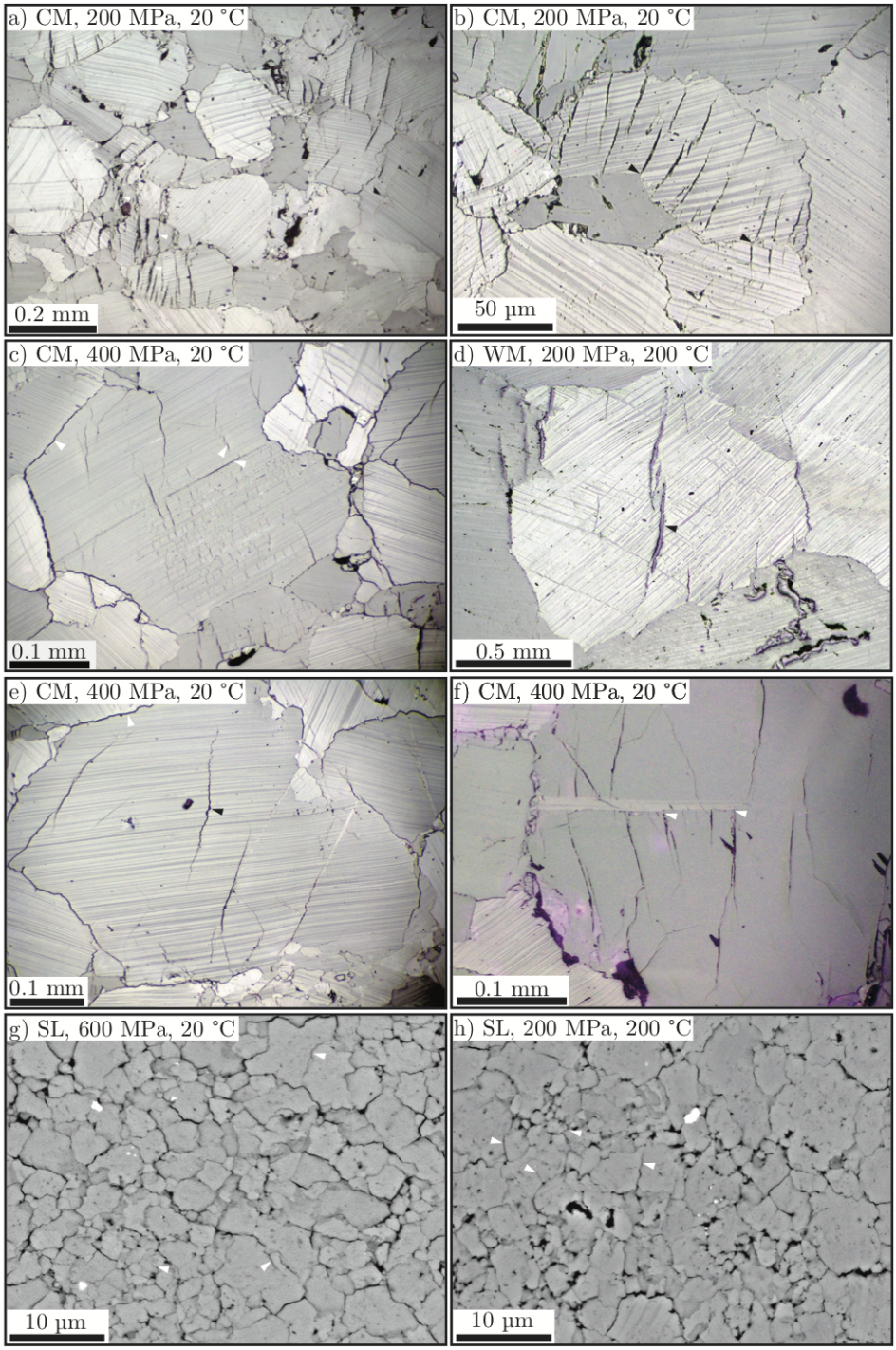


图 8. 测试后样品中观察到的脆性微观结构。a）压碎带，b）几何形态受控的裂纹，c）孪晶间裂纹和阶梯状裂纹，d）晶界裂纹和低长宽比裂纹，e）取向受孪晶界控制的阶梯状裂纹，以及 f）由孪晶形核的裂纹。

图 8c）。此外，一些晶内裂缝含有台阶，并在单个孪晶片层两侧改变取向（“阶梯状”，图 8e）。另一些情况下，可观察到微裂纹从孪晶尖端萌生，但未延伸至晶界（图 8f）。

低压低温状态

低压低温状态仅限于在 200 兆帕以及 20 和 200℃ 条件下进行的卡拉拉大理岩实验。在此状态下，I 型晶内微裂纹十分常见，并形成最高的裂隙密度。这些微裂纹通常局限于单个晶粒内，且长宽比较低（例如，图 8b、d）。在某些地方，微裂纹集中分布于离散区域，形成压碎带（图 8a）。在这些区域，裂纹通常横跨数个晶粒，使局部裂隙密度升高。

还观察到裂纹与晶粒及晶界的几何形态有关。一些裂纹在晶界的几何不规则处成核。例如，晶界上的台阶通常伴有短小的张性裂纹，这些裂纹向晶粒内部延伸一小段距离（图8d）。较小的晶粒也可能充当压头晶粒，为适应压头晶粒的形状而成核形成裂纹（图8b）。与几何不相容性有关的裂纹通常完全局限于单个晶粒内（图8b和d）。

高压低温条件

高压低温条件涵盖了卡拉拉大理岩在高于 P =200 兆帕、温度为 $T = 20^\circ$ 和 200 ℃ 条件下变形的样品，以及Wombeyan大理岩在20℃和 200℃条件下变形的所有样品（图7）。与低压低温状态相比，该条件下的裂纹密度较低（S_v <8 mm^2/mm^3）。晶内裂缝并未完全受到抑制（图8d、e和f）。然而，仔细观察未发现晶间开裂或压碎带。与低压低温状态相比，另一项重要变化是经常观察到张开晶界（图8c和e）。

在高压低温条件下，卡拉拉大理岩和Wombeyan大理岩的裂纹密度随压力增加而降低。例如，在 20℃下的卡拉拉大理岩中， $S_v = 7.31$ 毫米^2/毫米^3 在 $P = 400$ 兆帕时降低至 $S_v = 2.28$ 毫米^2/毫米^{3}在 $P = 600$ 兆帕时（表5，Run0078和Run0084）。此外，对于高压低温条件下的一组给定条件，晶粒较粗的Wombeyan大理岩中的裂纹密度较低。

件下，高压低温条件下，晶粒较粗的Wombeyan大理岩中的裂纹密度较低。

3.3.2 晶体塑性微观结构

晶体塑性微观结构特征以变形孪晶为主，所有变形条件下的样品中均可见变形孪晶（图9）。几乎所有晶粒至少沿一个晶面发生孪晶，含有两组孪晶的晶粒也很常见，偶尔还能见到含有三组孪晶的晶粒。尤其是，低温变形样品中的孪晶密度（即单位长度内的薄片数）较高（图9 a-d），并随温度升高而降低（图9g,h）。孪晶常呈弯曲状，尤其是在晶界附近（图9f）或几何不规则性周围（图9 b）。孪晶也常似乎起始于相邻晶粒内的孪晶（图9b,d），或起始于晶界处的几何不规则性（图9f）。

在比孪晶片层更大的尺度上，波状消光广泛发育（图9）。在Wombeyan大理岩中，接近晶界及晶界不规则性时，波状消光的强度会增强（图9c）。在Wombeyan大理岩中，某些情况下观察到的波状消光表明晶格发生了褶皱（图9e）。卡拉拉大理岩中的晶粒也显示波状消光，但不如Wombeyan大理岩中常见。同样，卡拉拉大理岩中的波状消光与几何不规则性有关（图9h）。

3.3.3 扫描电子显微镜观察

采用前向散射电子图像以高空间分辨率成像观察孪晶。这些图像显示出非常薄的变形孪晶，尤其是在索尔恩霍芬石灰岩中，某些部位的厚度约为100 nm（图10a、b）。索尔恩霍芬石灰岩中的方解石晶粒还表现出低于Wombeyan大理岩和卡拉拉大理岩粗晶粒样品的孪晶出现率（图10c、d）。索尔恩霍芬石灰岩中的孪晶还会穿过晶界扩展，并且在晶粒尺度上不会发生弯曲，尽管它们有时会在接近晶界处逐渐变尖。Wombeyan大理岩的高分辨率电子图像显示出多种尺度的孪晶，其中包括微米尺度孪晶

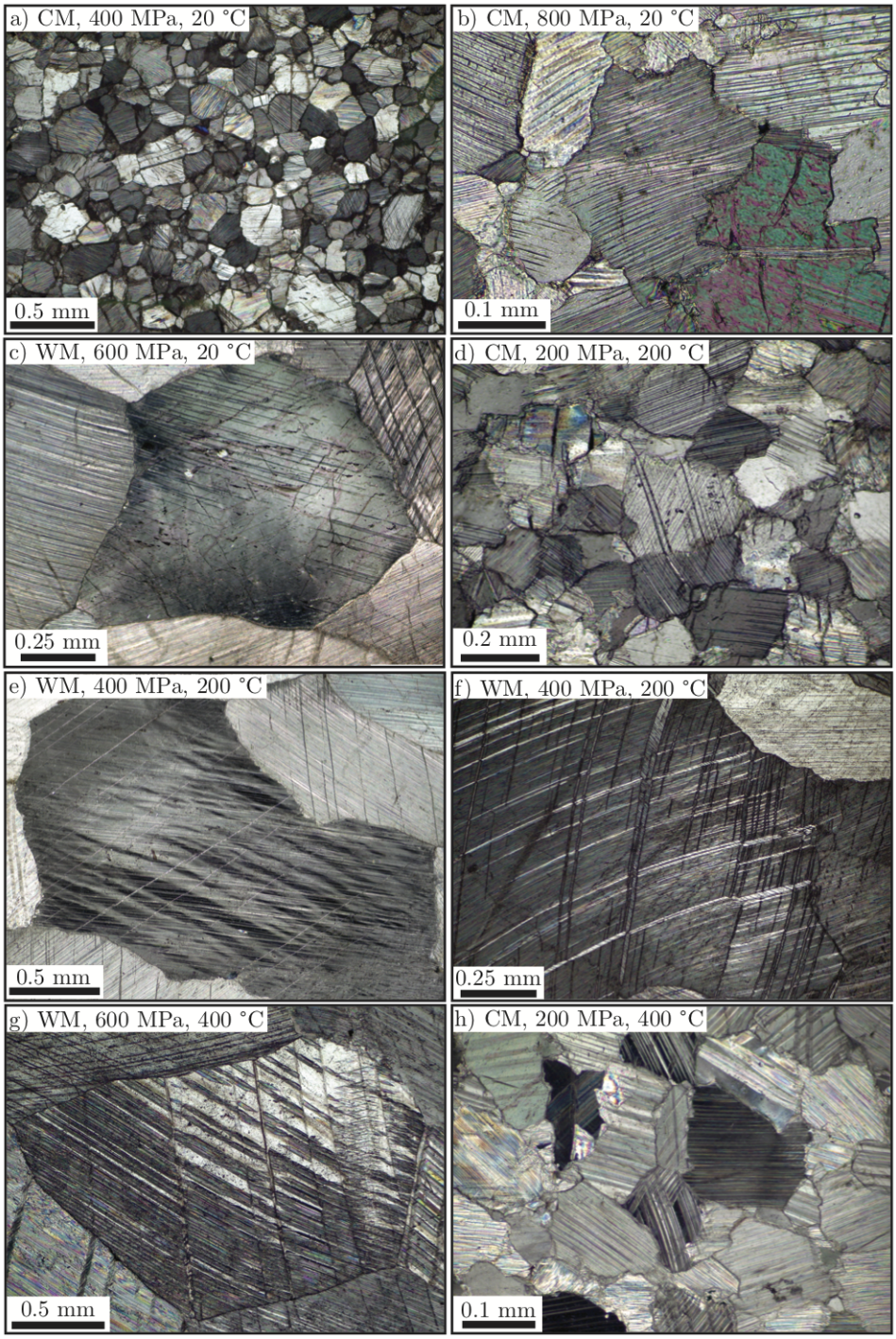


图9. a）在高应力、低温条件下形成的高孪晶密度。b）高密度孪晶绕过一条明显的变形带弯曲。相邻晶粒中的孪晶也会促使孪晶形核。c）长程波状消光贯穿孪晶组。波状消光似乎是由相邻晶粒的相互作用产生的。d）多重孪晶晶粒和高孪晶密度。e）可见晶格呈波状起伏的褶皱。f）多组弯曲孪晶组和孪晶化的孪晶组。g）Wombeyan大理岩中的多重孪晶晶粒。孪晶比低温条件下更厚，且呈现出更斑驳的分布。h）卡拉拉大理岩中在高温下形成的孪晶。孪晶更厚，中央晶粒 –25– 显示出波状消光的迹象。

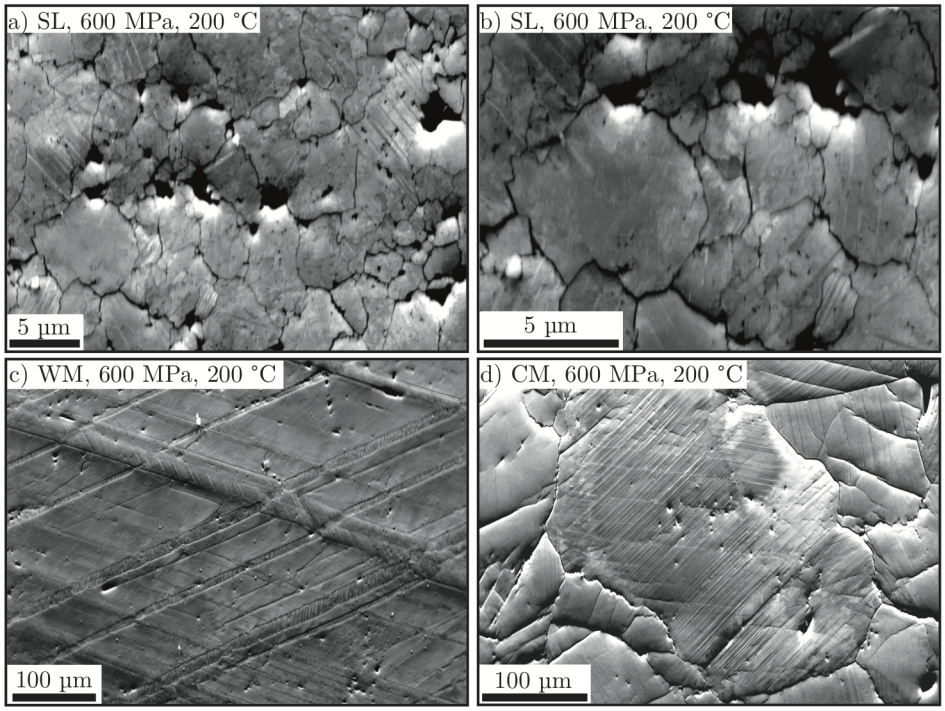


图10. 索尔恩霍芬石灰岩（a和b）、Wombeyan大理岩（c）和卡拉拉大理岩（d）中变形孪晶的前向散射电子取向衬度图像（Prior et al., 1996）。

这些孪晶位于厚度达数十微米的较厚孪晶内部（图10c）。

概览电子背散射衍射图显示，大多数晶粒存在显著的内部取向差。Wombeyan大理岩（图11a）、卡拉拉大理岩（图11b）以及部分索尔恩霍芬石灰岩晶粒（图11c）中的晶格曲率尤为明显。晶格曲率区域通常与晶界的几何形态有关，有些地方的曲率在晶界附近增大。其他晶粒则在孪晶面附近表现出晶格旋转，在反极图中呈条带状（例如，图11b）。

通过晶粒参考取向偏差（GROD）图可以进一步揭示内部晶格畸变。GROD是每个点相对于晶粒平均取向的取向差（图12）。卡拉拉大理岩 Run0093 在 600 MPa 压力和 200° C 温度下变形后，其 GROD 概览图表明，各个晶粒具有不同的内部结构（图12a）。一些晶粒呈现出条带状的 GROD 变化图样，且这些条带沿局部孪晶取向分布

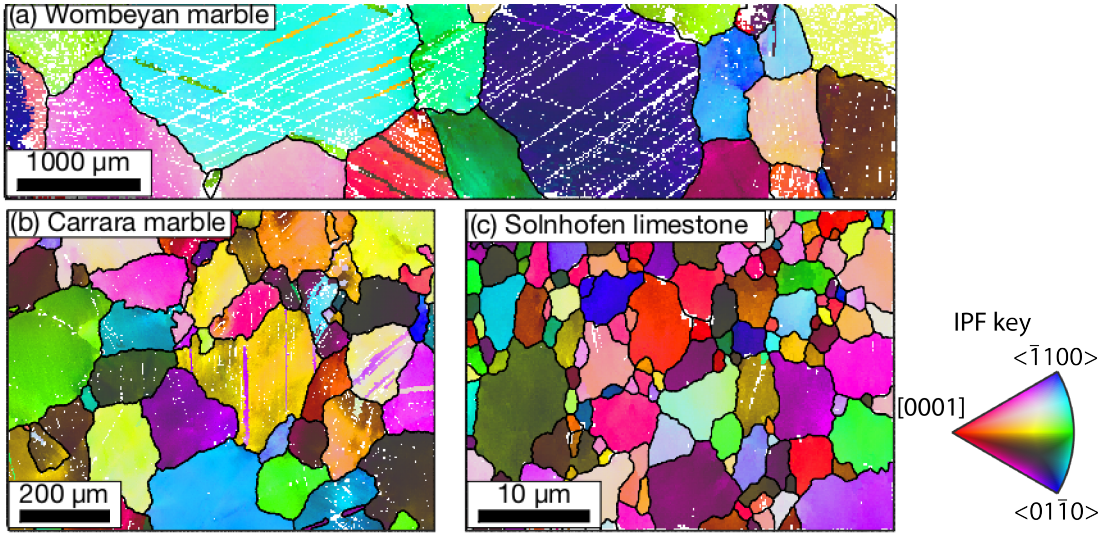


图11. 压力为 600 MPa、温度为200°C时变形样品的EBSD图。(a) Wombeyan大理岩，(b) 卡拉拉大理岩，(c) 索尔恩霍芬石灰岩。晶粒按反极图着色。为清晰起见，未显示孪晶界。白色区域未能索引，主要是由于孪晶界上的衍射图样质量较差。

（图12c）。其他晶粒中的 GROD 图样基本不受孪晶影响，而是呈现出较大尺度上的晶格畸变，其尺度接近晶粒尺寸（图12d）。有些情况下，两者的作用相互交织：GROD 虽然与孪晶取向略有对应，但也受到晶粒几何形态的影响（图12b）。

HR-EBSD图（图13）显示了图12中端元晶粒内几何必需位错和晶内应力非均匀性的分布。图12b中的晶粒受孪晶影响最小，其GROD分布几乎不受孪晶影响；同样，孪晶对几何必需位错密度的影响也可以忽略（图13a）。在晶粒内部，几何必需位错密度通常不超过由旋转测量噪声造成的背景噪声水平，约为 $10^{13.5}$ m^{-2}。高于该噪声水平的表观几何必需位错密度高度局限于孪晶界附近，并可能是带对比度图所示的图样质量降低所致。然而，沿图右缘的晶界附近，几何必需位错密度显著升高，达到 10^{14} m^{-2} 量级。应力非均质性图中也可见类似分布：晶粒内部的应力相对均匀，而晶界附近的应力则升高至数百兆帕。不同的分布——

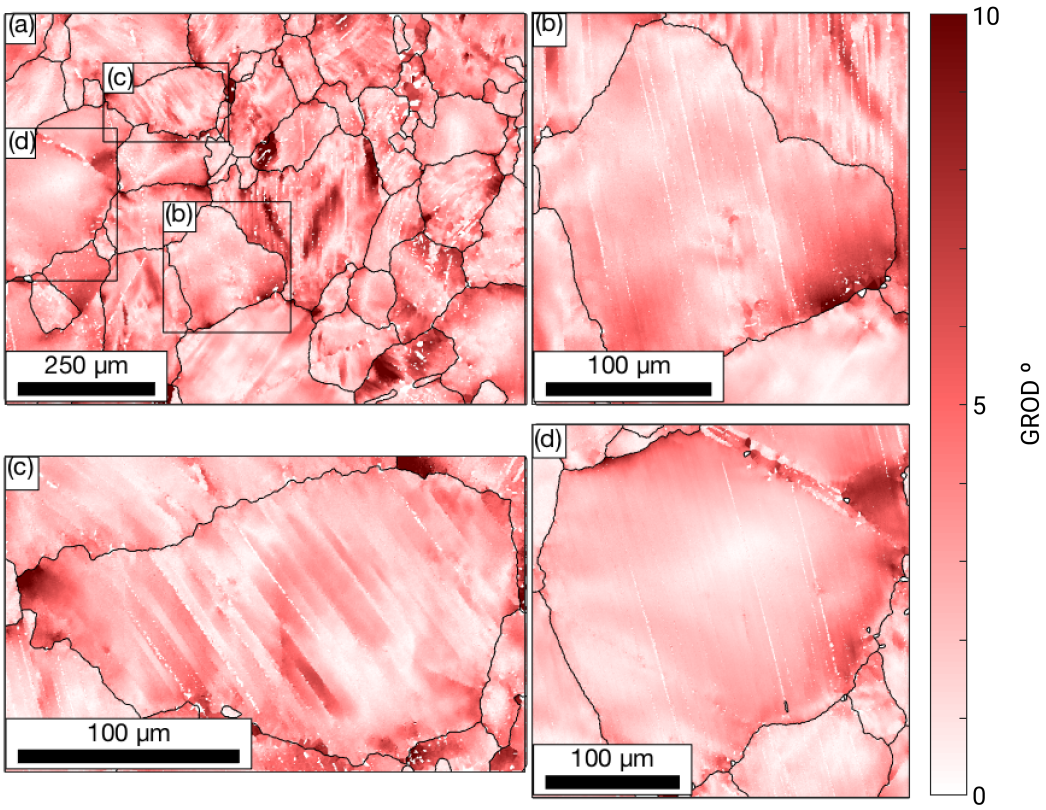


图12. 由 Run0093（$P = 600$ 兆帕，$T = 200$°C）的 EBSD图获得的晶粒参考取向偏差（GROD）图。插图 (b)、(c) 和 (d) 为小区域 EBSD图，显示了晶粒内晶格畸变与孪晶之间不同相互作用下的局部晶粒参考取向偏差。(c) 中可见孪晶与晶格曲率之间存在强烈相互作用，(b) 中存在中等程度的相互作用，而 (d) 中的相互作用较弱。插图 b) 和 d) 还显示，晶界附近存在显著的晶格曲率。

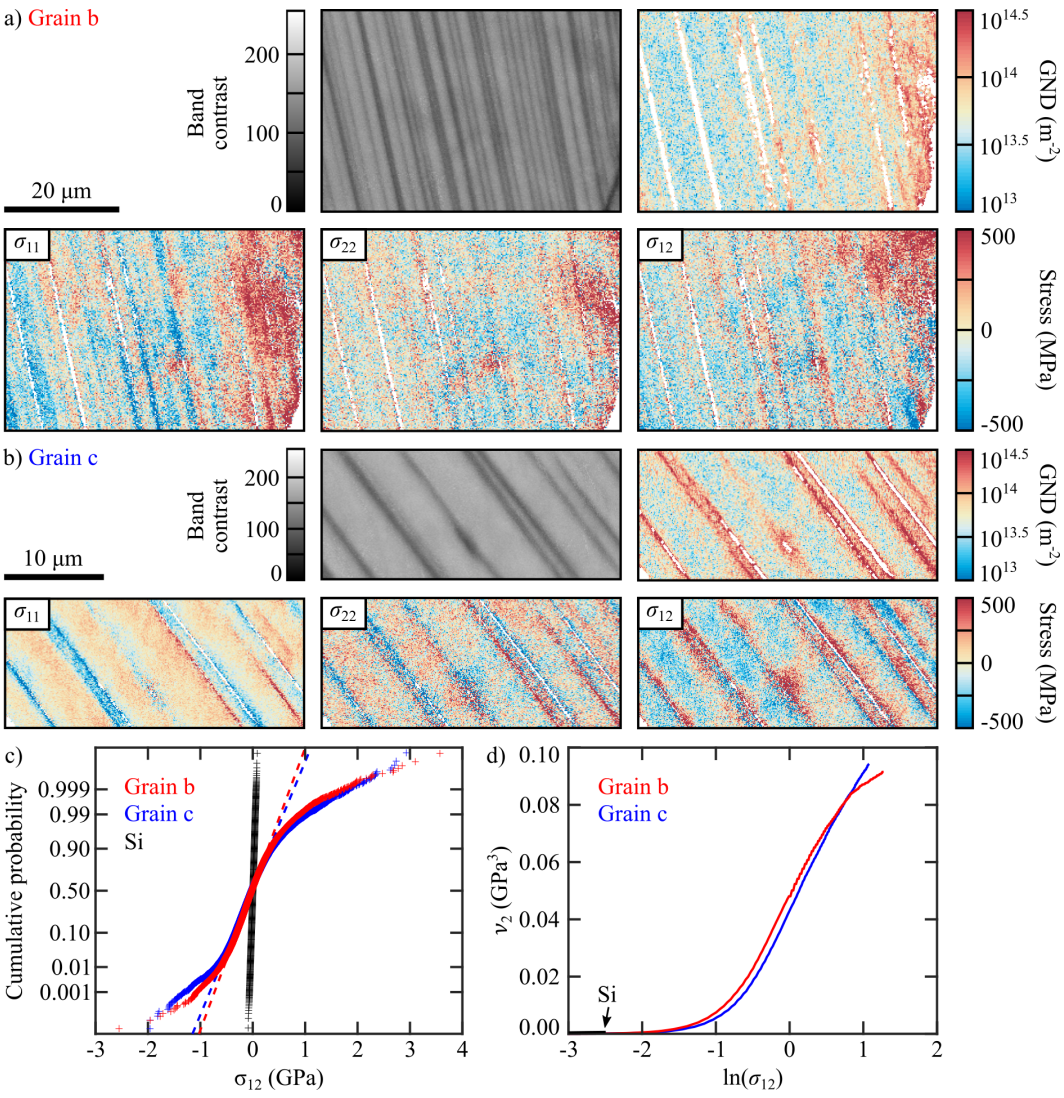


图13。（a）图12b中晶粒和（b）图12c中晶粒的HR-EBSD图。这些子图分别展示了衍射图样中带衬度的图，其中揭示了孪晶的位置、几何必需位错密度以及应力的不均匀性（σ_{ij}）。（c）每个晶粒中 σ_{12} 的正态概率图。直线表示正态分布。（d）受限二阶矩（ν_2）与lnσ_{12}的关系。直线表明，应力的概率分布呈现 $P(\sigma) \propto |\sigma|^{-3}$ 的形式，这正是位错群体所预期的形式。

来自图12c中晶粒内部的HR-EBSD图（图13b）显示了这种分布；该晶粒中孪晶对GROD分布的影响最大。在该晶粒中，高几何必需位错密度和高应力区域从孪晶界向外延伸数微米，并超出带对比度图中所表示的图案质量降低区域。在这些区域内，几何必需位错密度接近 10^{14} m^{-2}，且数百兆帕量级的剪应力十分常见。

应力非均质性的概率分布为应力的成因提供了进一步信息。正态概率图（图13c）显示，两个晶粒具有相似的概率分布，其应力显著高于在未变形硅标准样品上测得的应力。在约300–500兆帕以下的应力幅值范围内，分布落在一条直线上，表明这些应力服从正态分布。然而，在更大的应力幅值下，分布偏离直线。这些高应力尾部是包括铜和橄榄石在内的、通过位错介导机制发生变形的材料的典型特征（Jiang 等人，2013；Wallis 等人，2021年、2022）。受限二阶矩 ν_2 对 ln(σ_{12}) 的图提供了进一步检验，可判断这些高幅值应力是否为位错应力场（图13d）。在该图中，来自每个晶粒图的分布在高应力下均落在直线上，表明这些分布具有 $P(\sigma) \propto |\sigma|^{-3}$ 形式，这是位错群体应力场的特征（Groma & Bak´o，1998；Wilkinson 等人，2014；Kal´acska 等人，2017；Wallis 等人，2021）。这些特征表明，这些应力至少部分是位错的应力场。

除了电子背散射衍射制图外，我们还根据前向散射成像测量了孪晶间距，并以与Rutter 等人（2022，图14）相同的方式校正了其厚度。我们报告孪晶密度值，ρ_t（mm^{-1}），其计算方法是取测得的平均孪晶间距的倒数（图14b）。我们的数据与此前报告的应力和孪晶密度测量结果一致。在压力为 600 MPa、温度为 200℃ 的条件下变形的Wombeyan大理岩，其孪晶密度最低，数值为 130 mm^{-1}，相当于平均间距为 7.5 μm。孪晶密度最高的是在 600 MPa 和 200℃ 条件下变形的索尔恩霍芬石灰岩，数值约为 1500 mm^{-1}，相当于平均孪晶间距为 0.7 μm。

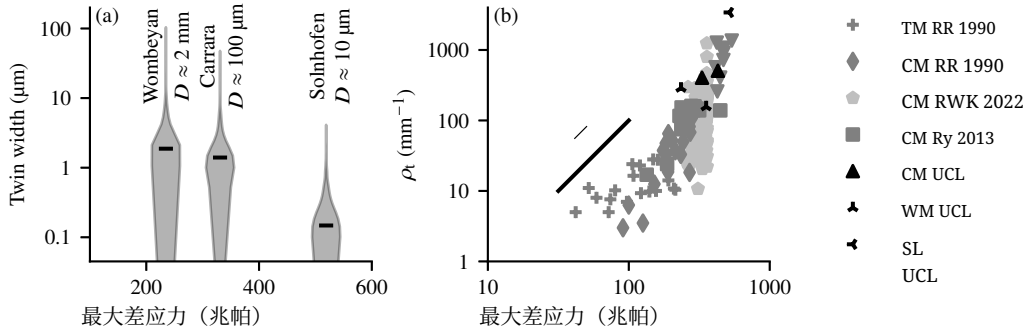


图14。 本研究在变形结束时的最终差应力与孪晶密度的关系以黑色符号表示。此前研究的其他数据以灰色表示。CM RR 1990、TM RR 1990 和 SL RR 1990 分别是 Rowe 和 Rutter（1990）获得的卡拉拉大理岩、台湾大理岩和索尔恩霍芬石灰岩数据；CM RWK 2022 是 Rutter 等人（2022）获得的卡拉拉大理岩数据；CM Ry 2013 是 Rybacki 等人（2013）获得的卡拉拉大理岩数据。参考线表示应力与孪晶密度平方根呈相关关系时的梯度。

4 讨论

力学数据表明，在我们测试的各种条件下，方解石岩石的变形均表现为韧性。几乎所有实验都显示出应变硬化行为，但硬化的具体特征随压力和温度而异。本研究中方解石岩石的变形由开裂、孪晶化和位错运动共同调节，具体取决于实验条件。我们要回答的核心问题是：在半脆性状态下，什么因素控制方解石岩石的流变行为？要确定方解石岩石的流变行为，必须了解应变在各个活跃变形机制之间的大致分配情况。通过考察微观结构、波速和力学数据，可以回答这一问题。

4.1 脆性变形

波速的演变结合事后裂纹密度测量，可以表征变形过程中微裂纹形成的程度。在强度对压力敏感的所有温度下，压力升高会导致

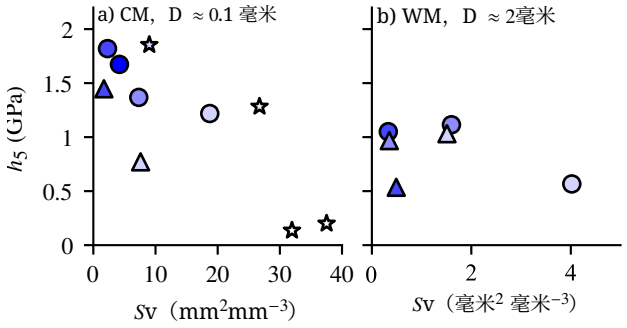


图15. 根据事后裂纹密度绘制的5%应变下计算的硬化模量。a) 卡拉拉大理岩的室温实验数据（圆圈表示本研究数据，星号表示 Fredrich 等（1989）的数据）以及 200°C下的数据（三角形）。b) Wombeyan大理岩的室温实验数据（圆圈）和 200°C下的数据（三角形）。

硬化速率增加、波速下降幅度减小，以及事后裂纹密度降低（图15和表5）。Fredrich 等（1989）在室温下对卡拉拉大理岩的研究也观察到，随着压力升高，事后裂纹密度会降低。Edmond 和 Paterson（1972）在室温下测量卡拉拉大理岩和索尔恩霍芬石灰岩变形过程中的体积应变，结果表明，高压会抑制剪胀。这两项研究还报告称，硬化速率随压力升高而增加。因此，开裂导致的应变协调能力降低，与硬化速率增加呈系统性关联（图15）。

随着温度升高，达到与压力无关的强度所需的压力降低。与此相应，高压下的变形通常伴随较小的波速降幅和较高的硬化速率。在较高温度下，给定压力对应的裂纹密度也较低。Fischer 和 Paterson（1989）对高温下卡拉拉大理岩变形过程中孔隙体积减少的测量结果支持这一观察。综合来看，这些观察表明，温度升高会抑制开裂。

另一个值得关注的现象是减压过程中波速大幅下降。这一特征表明，减压过程中样品累积了显著损伤。波速下降幅度最大的样品是在高压、低温条件下变形的，这些条件对应较低的粒内断裂密度（表

5）。这些样品的特征是晶界张开（图8b、c、e和g），这表明观察到的波速下降是由晶界张开引起的。Edmond 和 Paterson（1972）也观察到类似现象：他们报告称，变形后的索尔恩霍芬石灰岩和卡拉拉大理岩在减压过程中体积应变增加，且体积应变变化幅度随最终应力水平升高而增大。这种现象很可能是晶粒间应变不相容所导致的变形造成的（Ashby，1970年）。在高压下变形时，单个晶粒会同时发生塑性和弹性变形，以适应样品中施加的应变，从而产生非均匀的内部应力。移除围压后，这些内部应力不再与施加的外部作用力处于平衡状态，因而很可能会在晶粒之间产生界面裂纹，以适应变形过程中累积的应变不相容。

4.2 粒径敏感行为

我们的结果表明，屈服应力和硬化模量是晶粒尺寸的函数。这一结果与 Olsson（1974年）和 Fredrich 等人（1990年）的研究一致，也与低温条件下（Paterson，1958；Heard，1960；Mogi，1964；Donath 和 Fruth，1971；Edmond 和 Paterson，1972；Rutter，1974年；Fredrich 等，1989；Rybacki 等，2021，图4和表4）及高温条件下（Renner 等人，2002年）发表的其他研究结果一致。

基于室温和中等压力条件下的实验，Fredrich 等人（1990年）在 Horii 与 Nemat-Nasser（1986年）的模型框架下讨论了晶粒细化强化。Horii 与 Nemat-Nasser（1986年）求解了一个与“塑性区”耦合的翼形裂纹模型，其结果预测，粗晶材料应当更“脆”，即，脆性—韧性转变处的差应力与围压之比应随晶粒尺寸增大而降低。Fredrich 等人（1990年）的结果表明，该比值与晶粒尺寸无关；他们对此的解释是，塑性屈服应力按 $D^{-1/2}$ 缩放。这一假设得到了我们的观察结果支持。更普遍地说，在金属（ Cordero 等，2016 ）和橄榄石（Hansen 等，2019）中，屈服应力均被观察到与晶粒尺寸成反比。

晶粒细化强化是金属中一种常见现象，在冶金学文献中受到广泛关注（综述见 Cordero等人（2016）和 Y. Li等人

变量	σ_0 (兆帕)	K (兆帕 $\mathrm{m}^{-0.5}$)
$T = 20$ ℃		
σ_y	155	0.40
$\sigma_{2.5}$	244	0.73
σ_5	274	0.87
$T = 200$ ℃		
σ_y	83	0.51
$\sigma_{2.5}$	149	0.72
σ_5	185	0.79
$T = 400$ ℃		
σ_y	68	0.52
$\sigma_{2.5}$	91	0.86
σ_5	108	0.96

表6. 使用霍尔-佩奇关系拟合汇总的力学数据所得的结果，其中 $m = 0.5$（公式1）。

（2016））。随着晶粒尺寸减小而增强的现象通常称为 Hall-Petch 效应（Hall，1951；Petch，1953），其典型形式为

$$\sigma = \sigma_0 + KD^{-m}, \tag{1}$$

其中， σ_0 是晶格对位错运动的内在阻力， K 是材料相关的Hall-Petch系数， m 是无量纲指数。在Hall（1951）和Petch（1953）最初的观测与理论论证中，该指数 m =0.5。在金属中已有 $m = 0.2$–1的数值被报道（Dunstan和Bushby，2014；Cordero等人，2016；Y. Li等人，2016）。

我们采用最小二乘回归将方程1拟合到数据中，并设定 m =0.5（表4.2），这与Renner等人（2002）的做法类似。尽管我们的结果表明 m 介于0.3–0.6之间（图4），但拟合该指数会显著改变 σ_0 和 K ，使我们的数据集之间难以进行比较。在所有温度下，表观晶格阻力σ_0和Hall-Petch系数 K的数值均随应变增加。晶格阻力在 $T = 20$℃时最大，为 $\sigma_0 = 155$–274兆帕；较小

在 $T = 200$ ℃时为 $\sigma_0 = 83$–185兆帕，在 400 ℃时进一步降低至 $\sigma_0 = 68-108$ 兆帕。晶格阻力数值与J. H. De Bresser（1991）和Turner等人（1954）在相同温度下通过单晶实验获得的测量结果一致。Hall-Petch系数的数值基本不受温度变化影响。对于报告的σ_y数值，$K = 0.4$–0.52兆帕 $\mathrm{m}^{-0.5}$；在较大应变下，当$\sigma_{2.5}$ 时，Hall-Petch系数增加至 $K = 0.72$–0.86兆帕 $\mathrm{m}^{-0.5}$；在 σ_5 值下，大应变时该系数进一步增加至 $K = 0.79$–0.96兆帕 $\mathrm{m}^{-0.5}$。当 K 用剪切模量 G 与伯格斯矢量 b的乘积归一化时，其中 $G = 35$ 吉帕，$b = 0.74$ nm，其数值落在0.42–1范围内，与体心立方和六方密堆积金属通常测得的数值一致（Cordero等，2016）。总之，我们的数据结合文献资料揭示了方解石岩石中Hall-Petch效应的若干关键特征：1）Hall-Petch效应随应变增强，在屈服时最弱，在发生塑性应变后则较强；2）表观晶格阻力随塑性应变增加、随温度升高而降低；3）Hall-Petch系数与温度无关。

Cordero等人（2016）和Y. Li等人（2016）的综述详细总结了已提出的Hall-Petch效应物理模型。Y. Li等人（2016）将模型分为四类：（1）位错塞积模型，其中晶界充当障碍，导致位错塞积，直到塞积前方的应力足以诱发相邻晶粒屈服（Hall，1951；Petch，1953）；（2）晶界台阶模型，其中晶粒和亚晶界不规则结构会发射作为障碍的森林位错（见J. C. Li，1963）；（3）塑性应变模型，其中位错密度随塑性应变的增加速率与晶粒尺寸成反比（Conrad 等，1967）；（4）弹性各向异性模型，其中弹性各向异性晶粒之间的相互作用需要引入几何必需位错，而较小的晶粒具有相对较大的应变梯度和更高的几何必需位错密度（Meyers和Ashworth，1982）。除Meyers和Ashworth（1982）的模型外，所有这些模型都得出了与公式1类似的表达式。系数 K 始终包括剪切模量、 G 和伯格斯矢量 b，以及其他几何常数和 $m = 0.5$。然而，拟合结果表明，对于广泛的金属，$m \neq 0.5$ 以及 may 采用 $m = -1$ 或关系式 $\ln d/d$ 可能具有更好的拟合效果（Dunstan和Bushby，2014；Y. Li等人，2016）。

屈服应力的晶粒尺寸依赖性表明，塑性应变模型3并不适用于方解石，因为产生Hall-Petch效应需要一定量的宏观塑性应变（Conrad 等，1967年；Ashby，1970年）。正如

Hansen 等（2019）指出，模型1、2和4也需要有限塑性应变，不过这种应变可能局部化程度足够高，以至于宏观屈服前的宏观行为仍呈弹性（Maaß 和 Derlet，2018）。屈服应力的温度依赖性表明，这些模型必须包含短程位错相互作用，因为长程相互作用具有弹性，因此在很大程度上不受温度影响（Hansen 等，2019）。

在模型1中，Hall-Petch效应归因于位错在晶界处的塞积，以及这种塞积对促进相邻晶粒屈服所起的作用（Hall，1951；Petch，1953）。在这种情况下，较大的晶粒能够容纳更长的塞积，从而产生更强烈的应力集中，促进相邻晶粒屈服。如果这一模型适用，我们可能会观察到位错在晶界处塞积，以及应变跨晶界的局部传递。Quintanilla-Terminel 和 Evans（2016）使用微网格估算变形卡拉拉大理岩中的微观尺度应变，并记录了应变跨晶界传递的现象，不过这种传递似乎发生在较宽的区域内。还需要进一步使用透射电子显微镜和高分辨率电子背散射衍射进行观察，以表征方解石晶界附近的位错结构，从而检验该模型是否适用。

模型2认为，位错从晶界台阶处发射出来（见 J. C. Li，1963）。晶粒尺寸较细的材料具有更大的晶界面积，因此有更多潜在的位错生成位置，导致位错密度升高，进而使宏观塑性变形所需的应力增大。在我们的样品中，难以评估晶界台阶模型。波状消光往往受晶界几何形态控制（图9），这或许是相关证据，表明位错活动受到晶界影响；然而，这并不能确定晶界是否充当位错源。

Meyers 和 Ashworth（1982）的弹性各向异性模型基于相邻晶粒之间弹性应变的不相容性。施加应力时，几何必需位错会形成，以协调晶粒间的弹性失配。我们的微观结构观察和波速数据可能与该模型相符。张开的晶界（图8 c、e 和 g）以及减压期间波速的大幅下降（图6）表明，减压过程中内应力显著松弛；进而，这种内应力可能源于晶粒间的弹性失配及其伴随的几何必需位错形成——

。电子背散射衍射观察还揭示了显著的晶格曲率（图12）以及晶界附近几何必需位错密度的增加（图13）。此外，Spiers（1979年）和 Quintanilla-Terminel 和 Evans（2016）对变形方解石岩石中应变的显微尺度观察，揭示了晶界附近有限应变的局部非均质性。特别是，Quintanilla-Terminel 和 Evans（2016）发现，应变非均质性的尺度与晶粒尺寸相近。Wallis 等人（2018）观察到，自然变形方解石岩石的晶界附近取向差增大，这与晶粒间应变不相容所引发的塑性应变梯度相符（Meyers & Ashworth，1982）。

总之，我们的观察表明，模型 1、2 或 3 均可能适用于方解石。要区分这些模型，还需要进行更系统的微观结构观察。总的来说，所有模型都预测，强度对位错平均自由程敏感，而位错平均自由程受晶粒尺寸控制。因此，霍尔–佩奇模型与 Kocks-Mecking-Estrin（KME）单状态变量强度模型密切相关，后者纳入了位错平均自由程的作用（Kocks，1966，1976；Mecking 与 Kocks，1981）。要探讨 KME 模型，我们必须考虑孪晶的作用，这将在下一节讨论。

4.3 孪晶诱发塑性是否与方解石岩石的变形相容?

方解石中机械孪生的活跃程度与差应力的大小密切相关（Jamison 和 Spang，1976；Spiers，1979；Rowe 和 Rutter，1990）。在实验中，Rowe 和 Rutter（1990）证明，孪晶间距随应力增加而减小，且不受温度和晶粒尺寸影响。我们所有的变形样品中都观察到了孪晶，并且孪晶密度随差应力增加而增大，这与 Rowe 和 Rutter（1990）、Rybacki 等人（2013）以及 Rutter 等人（2022）的观察结果一致。Rybacki 等人（2013）还证明，在低应力（< 250 兆帕）下，应力与孪晶密度的平方根成正比。然而，在高应力下，应力值会随孪晶密度增加而趋于饱和，平方根关系不再成立（Rowe 和 Rutter，1990；图14）。透射电子显微镜对方解石变形孪晶的观察表明，孪晶常与位错相互作用（Barber 和 Wenk，1979；Fredrich 等，1989；Rybacki 等人，2013）。鉴于这些观察结果，Rybacki 等（2021）提出，随着位错密度增加，孪晶间距呈线性减小，因为流动应力与位错密度的平方根成正比

（Taylor，1934）。这些观察结果表明，孪晶间距要么是方解石岩石强度的成因，要么对其起控制作用。

Rybacki 等（2021）通过类比孪晶诱发塑性钢（TWIP，De Cooman 等，2018）指出，孪晶间距直接控制应变硬化速率，并由此影响强度。TWIP 模型源自高锰钢；与其他钢材（约为剪切模量的 0.05%）相比，高锰钢因机械孪晶化而具有较高的硬化速率（约为剪切模量的 3%）。TWIP 的作用机制源于孪晶界处晶体学取向的突变，这些界面可充当位错运动的障碍。渐进式孪晶化会使微观组织动态细化（De Cooman 等，2018），其中更小的孪晶间距会缩短位错的平均自由程（λ），并产生动态霍尔-佩奇效应。

在冶金学文献中关于孪晶诱发塑性（TWIP）的唯象模型中，应变硬化被归因于逐步孪晶化所产生的动态霍尔-佩奇效应（Bouaziz 等（2008））。Bouaziz 等（2008）的模型首先考虑将剪切流动应力（τ）与总位错密度（ρ）联系起来的 Taylor 方程，

$$\tau = \tau_0 + \tau_b + \alpha\mu b\sqrt{\rho}, \tag{2}$$

其中，τ_0 是多晶体的初始强度，τ_b 是背应力，可能源于长程位错相互作用以及孪晶周围的应力场，α 是一个接近 1 的常数，b 是伯格斯矢量，μ 是剪切模量。在他们的公式中，最后一项表示由短程位错相互作用引起的各向同性硬化。研究已证明，Taylor 方程适用于在 550–700°C 温度下变形的方解石岩石（J. H. P. De Bresser，1996），不过，长程位错相互作用所产生背应力导致的运动硬化与短程位错相互作用导致的各向同性硬化各自的相对贡献尚未被区分。

为获得应力随应变的演化规律，将 Taylor 关系与修正后的 Kocks-Mecking-Estrin 方程（Kocks，1966，1976；Mecking 和 Kocks，1981）结合起来，以描述 ρ 随应变的变化（Bouaziz 等，2008）：

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{1}{b\lambda} - f\rho = \frac{1}{b}\left(\frac{1}{D} + \frac{1}{D_{\mathrm{t}}} + k\sqrt{\rho}\right) - f\rho, \tag{3}$$

其中，f 是一个与应变速率和温度相关的动态回复系数，k 是表征位错相互作用导致的位错储存的常数，而 D_t 是

孪晶间距。在该模型中，位错平均自由程的变化对总位错密度、晶粒尺寸和孪晶间距较为敏感。为计及动态回复过程，还需减去由回复因子与位错密度 $f\rho$的乘积所表示的附加项。Rybacki 等（2021）认为，该模型有望捕捉方解石多晶体的流变行为。

Bouaziz 等（2008）的动态霍尔-佩奇模型为低应力下应力与孪晶密度平方根之间的依赖关系提供了物理基础。Rybacki 等（2021）还指出，在方解石岩石中观测到的高硬化速率（剪切模量的 3–5%，图 5）也与孪晶诱发塑性相符。然而，值得注意的是，高硬化速率（相较于金属中通常预期的剪切模量的 0.5–1%）并非方解石岩石所独有；不发生孪晶的橄榄石在低温塑性变形时，硬化速率也可高达剪切模量的 5–10%（Hansen 等人，2019；Druiventak 等，2011）。

孪晶诱发塑性模型还表明，硬化速率应主要受孪晶间距控制，因为 D_{t} 始终至少比晶粒尺寸小 1–2 个数量级D （图 14）。以 600 MPa 下的卡拉拉大理岩为例， 200 ℃，其中 $D = 100$ μm， $D_{\mathrm{t}} = 5$ μm，则我们预计应变硬化为 $450\alpha\mu$（忽略恢复和森林硬化）。在相同条件下，Wombeyan大理岩的 $D = 1$ mm， D_{t} =7.5 μm，因此应变硬化应为 $360\alpha\mu$。因此，硬化速率之比应为 1.25。我们的实验中观测到的实际硬化速率之比为 2（卡拉拉大理岩和 Wombeyan大理岩分别取 $H_5 = 1$.6 和 0.8 GPa），这表明孪晶对硬化的影响可能小于根据公式 3 所预期的程度。

4.3.1 孪晶作为位错的潜在障碍

我们的主要观察结果是存在晶粒尺寸强化（图4）；仅凭我们的显微数据，很难评估孪晶在硬化行为中的确切作用。孪晶诱发塑性模型基于这样一种观点：孪晶通过阻碍或阻止位错运动而进一步强化。为检验孪晶诱发塑性模型在方解石中的潜在有效性，本节评估晶界和孪晶阻碍位错的相对效率。

微观结构观察表明，位错与孪晶界之间的相互作用因晶粒而异。有些晶粒中的晶格曲率显然受到孪晶界的影响（例如，图12c），而在另一些晶粒中，晶格曲率似乎也受到孪晶界的影响（例如，图9c和图12d）。因此，位错的捕获似乎取决于晶粒取向以及相关的孪晶取向。

我们可以通过考察滑移传递系数，评估孪晶界和晶界作为位错屏障的有效性。对此进行分析最简单的方法是纯粹从几何角度出发，仅考察入射和出射滑移系的滑移面取向及伯格斯矢量方向（Luster & Morris, 1995），

$$m' = (n_{\mathrm{A}} \cdot n_{\mathrm{B}})(b_{\mathrm{A}} \cdot b_{\mathrm{B}}) = \cos(\phi)\cos(\kappa) \tag{4}$$

其中， n 表示滑移面的单位法向量， b 表示单位伯格斯矢量，下标 A 和 B 分别表示入射和出射滑移系。 m' 的值为零表示位错无法穿透该屏障，值为一则表示界面可让位错自由通过。

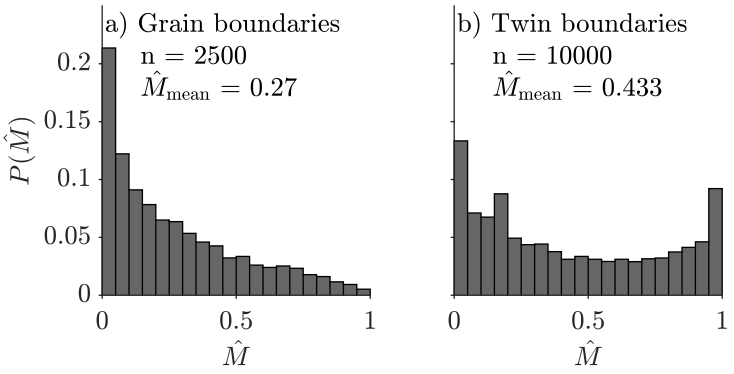


图16. 计算所得的 M' 值：a）晶界；b）孪晶界。

J. De Bresser 和 Spiers（1990年）、J. H. P. De Bresser 和 Spiers（1993年）以及 J. H. De Bresser 和 Spiers（1997年）的大量研究表明，在低温下，$r\{10\bar{1}4\}\langle\bar{2}021\rangle^{\pm}$ 和 $f\{10\bar{1}2\}\langle\bar{2}201\rangle^{\pm}$是方解石中的主要滑移系。这些滑移系的临界分解剪应力约为室温下 e 孪晶临界分解剪应力的一个数量级。尽管它们强度较高，我们仍认为它们在我们的样品中处于活动状态，因为我们的应力水平通常显著高于这一水平，而且我们观察到了显著的晶内取向差——

显著的晶内取向差。我们使用 MTEX 中的随机组构计算了滑移穿过孪晶界和晶界的传递情况。孪晶界上的 m' 最大值（表4）表明， m' 始终大于 0.4，且在某些情况下，孪晶界完全透明，数值为 1（例如， r_2^+可穿过一条 e_1 孪晶界传递至 r_3^+）。此外，考虑到可用滑移系数量众多，这项分析表明，与取向随机的晶界相比，孪晶界对位错运动的阻碍可能较小。

S_{A}	最大值 m'_{e1}	S_{B}	最大值 m'_{e2}	S_{B}	最大值 m'_{e3}	S_{B}
r_1^-	0.617	r_1^-	0.414	$f_1\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.414	$f_2\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$
r_2^-	0.414	$f_2\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.617	r_2^-	0.414	$f_2\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$
r_3^-	0.414	$f_3\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.414	$f_3\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.617	r_3^-
r_1^+	0.630	r_1^+	1.000	r_3^+	1.000	r_2^+
r_2^+	1.000	r_3^+	0.630	r_2^+	1.000	r_1^+
r_3^+	1.000	r_2^+	1.000	r_1^+	0.630	r_3^+
$f_1\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_1^-	0.718	$f_1\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.596	$f_1\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$
$f_1\langle 2\,\bar{2}\,0\,1\rangle^+$	0.541	r_1^-	0.718	$f_1\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.596	$f_1\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$
$f_2\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$	0.596	$f_2\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_2^-	0.718	$f_2\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$
$f_2\langle 0\,2\,\bar{2}\,1\rangle^+$	0.596	$f_2\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_2^-	0.718	$f_2\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$
$f_3\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.718	$f_3\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.596	$f_3\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_3^-
$f_3\langle\bar{2}\,0\,2\,1\rangle^+$	0.718	$f_3\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.596	$f_3\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_3^-
$f_1\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_1^-	0.596	$f_1\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.717	$f_1\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$
$f_1\langle 0\,2\,\bar{2}\,1\rangle^+$	0.541	r_1^-	0.596	$f_1\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.717	$f_1\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$
$f_2\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.596	$f_2\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_2^-	0.596	$f_2\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$
$f_2\langle\bar{2}\,0\,2\,1\rangle^+$	0.596	$f_2\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_2^-	0.596	$f_2\langle 0\,\bar{2}\,2\,\bar{1}\rangle^-$
$f_3\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.718	$f_3\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.718	$f_3\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_3^-
$f_3\langle 2\,\bar{2}\,0\,1\rangle^+$	0.718	$f_3\langle 2\,0\,\bar{2}\,\bar{1}\rangle^-$	0.718	$f_3\langle\bar{2}\,2\,0\,\bar{1}\rangle^-$	0.541	r_3^-

表7. 孪晶界的滑移传递分析。表中列出了滑移系 S_{A} 与 S_{B}之间 m' （公式4）的最大值。下标 m' 表示所考虑的孪晶系： *e.g.*, m'_{e1} 表示跨越一个 $e1$ 孪晶的滑移传递。

为了进一步比较孪晶界和晶界对位错运动的影响，我们还可以考虑孪晶界取向的影响。此分析可采

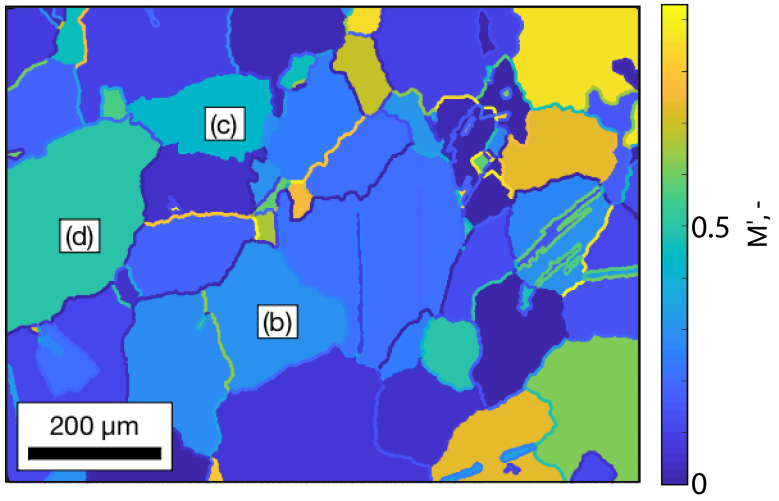
用几何判据进行，该判据量化了入射和出射滑移面与孪晶面的交线（分别为$\mathbf{l}_\mathrm{A}$ 和$\mathbf{l}_\mathrm{B}$）之间的错位程度，以及它们的滑移方向（分别为$\mathbf{d}_\mathrm{A}$ 和$\mathbf{d}_\mathrm{B}$）之间的错位程度。以下标量在界面两侧的两个滑移系对齐、且滑移能够轻易穿过界面传递时达到最大值（Shen 等人，1986年；Bayerschen 等人，2016）：

$$\hat{M} = (\mathbf{l}_\mathrm{A} \cdot \mathbf{l}_\mathrm{B})(\mathbf{d}_\mathrm{A} \cdot \mathbf{d}_\mathrm{B}). \tag{5}$$

交线 $\mathbf{l}$可由 $\mathbf{l} = (\mathbf{n} \times \mathbf{n}_\Gamma)/|\mathbf{n}_A \times \mathbf{n}_\Gamma|$得到，其中 $\mathbf{n}_\Gamma$ 为孪晶界面法向。

ˆ我们采用 M 准则比较孪晶界上的滑移传递与晶界上的滑移传递效率。使用 MTEX ˆ生成随机组构，并假设每个晶粒中被激活的滑移系（ $r^{\pm}$ 或 $f^{\pm}$ 滑移）为施密德因子最高的滑移系，据此计算随机晶粒对之间的 M 。对于每个晶粒，我们还计算了初始晶粒内某一孪晶界上的 M ；假设每个晶粒中被激活的孪晶系为施密德因子最高的孪晶系。这些计算表明，晶界上的滑移传递平均值为 $M = 0.27$，显著低于孪晶界上滑移传递的平均值 $M = 0.54$ 。

为进一步检验这一结果，我们计算了各晶粒内激活孪晶系对应的 EBSD 数据的预期 m' 值（图17）。结果表明， m' 值较低的晶粒（图17，晶粒c）呈现出受孪晶化影响的位错亚结构，即孪晶之间的晶格畸变被分割开来（图12c）。相反， m' 值较大的晶粒（图17，晶粒d）在接近晶粒尺寸的长度尺度上呈现晶格畸变梯度，但在较小尺度上不易受到孪晶界的显著影响。从这些晶粒内部获取的 HR-EBSD图支持这一结论：在 m' 较小的晶粒中，孪晶界附近可观察到较大的残余应力和几何必需位错密度（图13b和c）。而在 m' 较低的晶粒中，孪晶界附近的残余应力和几何必需位错密度较低（图13a和图17b）。因此，孪晶界阻碍位错运动的效能取决于各晶粒的局部取向，但平均而言，其作用弱于随机选取的晶界。



ˆ**图17**。根据 Run0093 的 EBSD 数据计算得到的 M 值图：跨晶界的滑移传递（按数值着色）和跨孪晶界的滑移传递（晶粒按数值着色）。

位错相对容易穿过孪晶界传递，这表明公式 3 需要进一步完善。我们认为，应对孪晶界和晶界的贡献赋予不同权重，使公式 3 变为：

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{1}{b\lambda} - f\rho = \frac{1}{b}\left(\frac{k_D}{D} + \frac{k_{\mathrm{t}}}{D_{\mathrm{t}}} + k\sqrt{\rho}\right) - f\rho, \tag{6}$$

其中， k_{D} 和 k_{t} 是权重，用于衡量晶界和孪晶界的相对效能。我们预计， $k_{\mathrm{t}} \ll k_{\mathrm{D}}$。要确定这些权重因子的取值，还需要进行更多显微组织测量，例如研究孪晶密度随应变的演变。

4.4 构建方解石半脆性流动模型

我们的观测结果结合先前的研究表明，在 T <400°C 条件下，富方解石岩石的半脆性流动模型应体现若干关键特征：（1）强度随压力增加而非线性上升，并伴随硬化；（2）强度随温度升高而降低；（3）强度随晶粒尺寸减小而增加；（4）强度对 strain rate 几乎不敏感。Rybacki 等（2021）回顾了已提出的半脆性流动模型，并指出将脆性流动与塑性流动整合为简单统一模型所面临的困难。

在半脆性流动区间内，脆性过程和晶体塑性过程对变形的贡献随深度而变化。在脆性过程占主导的低压、低温条件下，岩石的宏观行为可用摩擦破坏来描述（Byerlee 与 Brace，1966；Brace 与 Kohlstedt，1980）。脆性变形的微观物理模型通常以翼形裂纹模型为基础（例如，Nemat-Nasser 与 Horii，1982；Ashby 与 Sammis，1990），该模型通过 I 型翼形裂纹的扩展来表征脆性损伤。在此区间内，强度受压力影响、取决于晶粒尺寸，并且一阶近似下不受应变率影响。强度与温度之间没有显著依赖关系，且不考虑塑性。

目前，能够解释脆塑性变形耦合作用的微观物理模型为数不多。Horii 与 Nemat-Nasser（1986年）通过考虑剪切裂纹前方的位错塞积，改进并求解了翼裂纹与“塑性区”耦合的问题。他们的模型对压力、晶粒尺寸以及温度都很敏感，因为塑性区的塑性屈服强度会随温度变化。然—

而，他们的模型预测晶粒尺寸较粗的材料更脆，这与实验数据的观测结果相矛盾（Fredrich 等人，1990年）。

近来，Nicolas 等人（2017）提出了一个模型，将翼裂纹扩展、塑性孔隙塌陷以及位错塞积导致的新裂纹成核纳入其中。该模型再现了多孔石灰岩变形的若干重要特征。正如 Rybacki 等（2021）所指出的，该模型未考虑动态恢复或孪晶化，而这些都是富方解石岩石中的重要变形过程。该模型包含大量自由参数，因而难以检验，也可能限制其普遍适用性。

引入开裂与塑性流动之间反馈作用的另一种方法，或许是采用修正后的 Kocks-Mecking 方程。我们的结果（图15）表明，应变硬化与裂纹密度呈负相关，这说明开裂会降低应力和硬化。裂纹可能发挥多种作用。一种可能是，强度仍由位错密度决定，并可由 Taylor 方程2准确预测；在这种情况下，流动应力降低意味着位错密度减少，因此裂纹可能充当位错汇。这种可能性与以下观点相符：张性裂纹相当于材料内部的自由表面，位错与这些自由表面相交时会形成台阶，并从晶体中消失。另一种可能是，裂纹能够松弛晶粒之间的内应力和应变不相容，即充当“几何必需”结构。第三种可能是，在裂纹普遍存在的低压条件下，变形并非由位错运动控制，而是以弹性调节的晶间滑移为主，张性裂纹则松弛与之相关的内部应力。

方解石半脆性变形过程中微裂纹的起源可能与晶内塑性相耦合。正如 Nicolas 等人（2017年）详尽讨论的那样，位错塞积前端的应力集中可能导致裂纹成核（例如，Stroh，1954年；Olsson 和 Peng，1976；Wong，1990年），因此裂纹可能成为位错汇；也就是说，微裂纹可能有助于位错从变形晶体中逸出。在滑移传递效率低下的部位（Olsson 和 Peng，1976），以及几何构型导致几何必需位错密度较高的部位（例如，图8d），应力也较高，因而可能引发裂纹成核。

基于 Kocks-Mecking模型的方法具有一个优点：它可以纳入孪晶化和晶粒尺寸效应，同时引入由 I型裂纹扩展导致的围压依赖性。然而，目前关于半脆性变形过程中位错密度演化的数据仍不足以在上述定性论述的基础上取得实质性进展。因此，详细的建模尝试超出了本研究的范围。

5 结论

我们使用三种晶粒尺寸各异的方解石岩石开展了一系列三轴变形实验：索尔恩霍芬石灰岩、卡拉拉大理岩和 Wombeyan大理岩。实验结果表明，在半脆性状态下变形的方解石岩石，其强度和硬化速率与晶粒尺寸呈反比。

利用可见光和电子显微镜技术进行的微观结构观察表明，应变通过开裂、孪晶化和位错滑移得到协调。变形测试同时进行了原位 P波速度测量，P波速度通常随应变增加而降低。在室温下，波速降幅大于200 ℃和 400 ℃，这与低温下微裂纹形成更为普遍的现象一致。

定量微观结构观察显示，微裂纹密度与硬化速率成反比。尽管现阶段裂纹在整体应力-应变行为中的确切作用仍不明确，但我们提出这样的假设：拉伸微裂纹通过以下一种或多种方式导致弱化：松弛内部应力（协调应变不相容性并减少对几何必需位错的需求），或提供自由表面，使位错能够从单个晶粒中逸出。

此外，移除围压后观察到波速显著降低，这表明样品损伤不断累积。在高压（600 MPa）和低温（室温）条件下进行的实验中，减压引起的波速降幅最大，同时这些实验也具有最高的硬化速率。在这些条件下变形的样品，其微观结构观察结果显示存在张开晶界，这表明减压期间的波速降低源于储存的弹性应变释放。

电子显微镜技术显示，孪晶密度较高，这与此前在类似条件下开展的研究结果一致。孪晶间距始终比晶粒尺寸至少小一个数量级。晶内取向差的空间分布表明，孪晶界并不总是位错运动的重要障碍；滑移传递计算则显示，与晶界相比，孪晶在统计意义上是较弱的障碍。因此，晶粒尺寸对强度和应变硬化起首要控制作用，而孪晶界间距可能对这些性质起次要控制作用。

综合来看，我们的结果表明，方解石中的半脆性流动受晶粒尺寸依赖过程控制，这些过程会导致显著硬化。这种行为在定性上与将位错密度和孪晶间距作为关键状态变量的流变模型一致。要解释低压和低温条件下开裂对减弱应变硬化的作用，需要加入一个描述裂纹密度的量（其中应包含裂纹间距、长度和取向分布的信息）作为新的状态变量，从而全面刻画脆性状态下岩石的应力-应变行为。

开放研究部分

处理后的实验数据（应力、应变和速度变化）可从 Zenodo 获取（https://doi.org/10.5281/zenodo.7347236）。

致谢

与 Erik Rybacki 和 Brian Evans 的广泛讨论，以及他们分享的部分（当时）未发表数据，帮助塑造了这项工作。Emmanuel David 为 Murrell装置的早期技术开发作出了贡献。非常感谢 John Bowles 和 Neil Hughes 提供的技术支持。Ian Jackson 慷慨提供了 Wombeyan 大理石。Sarah Incel 协助完成薄片制备。Sheng Fan 协助开展扫描电子显微镜测试。与 Thomas Breithaupt、J¨org Renner 和 Chris Spiers 的讨论增进了我们对方解石塑性变形的理解。本项目获得了欧洲研究委员会（ERC）依据欧盟地平线2020研究与创新计划提供的资助（授予 N.B. 的资助协议编号 804685/“RockDEaF”），并获得英国自然环境研究委员会的资助（资助协议编号

NE/M016471/1，授予 N.B.）。DW 感谢英国研究与创新机构未来领袖奖学金 [（资助编号 MR/V021788/1]）提供的支持。

参考文献

Ashby，M.（1970年）。塑性非均质材料的变形。《哲学杂志》，*21*(170)，37–41。

Ashby，M. 和 Sammis，C.（1990年）。受压脆性固体的损伤力学。《纯粹与应用地球物理学》，*133*(3)，489–521。

Barber，D. J. 和 Wenk，H. R.（1979年）。方解石、白云石及其他菱面体碳酸盐中的变形孪晶。《物理与化学矿物学》，*5*(2)，141–165。doi：10 . 1007/BF00307550

Baud，P.、Schubnel，A. 和 Wong，T.-f.（2000年）。索尔恩霍芬石灰岩中的剪胀、压密和破坏模式。《地球物理研究杂志》，*105*，289–303。

Bayerschen, E.、McBride, A. T.、Reddy, B. D. 与 B¨ohlke, T.（2016）。实验与晶体塑性模型中的滑移传递准则综述。《材料科学杂志》，*51*(5)，2243–2258。doi: 10.1007/s10853-015-9553-4

Birch, F.（1961）。岩石在最高 10 千巴压力下的压缩波速度，第 2 部分。载于《地球物理研究杂志》（第 66 卷，第 2199–2224 页）。华盛顿特区。取自 http://doi.wiley.com/10.1029/SP026p0091

Bouaziz, O.、Allain, S. 与 Scott, C.（2008）。晶粒界和孪晶界对孪生诱发塑性钢硬化机制的影响。《材料学报》，*58*(6)，484–487。doi: 10.1016/j.scriptamat.2007.10.050

Brace, W. F.,& Kohlstedt, D. L. (1980). 实验室实验所限定的岩石圈应力范围。《地球物理研究杂志：固体地球》，*85*(B11), 6248–6252. doi: 10.1029/jb085ib11p06248

Britton, T. B., & Wilkinson, A. J. (2011). 利用高分辨率电子背散射衍射测量残余弹性应变和晶格旋转。*Ultramicroscopy*，*111*(8), 1395–1404. 获取自 http://dx.doi.org/ 10.1016/j.ultramic.2011.05.007 doi: 10.1016/j.ultramic.2011.05.007

Britton, T. B., & Wilkinson, A. J. (2012). 在存在较大晶格旋转的情况下测量弹性应变变化的高分辨率电子背散射衍射。*Ultramicroscopy*，*114*，82–95。检索自 http://dx.doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.01.004 doi: 10.1016/

j.ultramic.2012.01.004 Burov, E. B. (2011). 岩石圈的流变学与强度。*Mar. Pet. Geol.*, *28*(8), 1402–1443。检索自 http://dx.doi.org/10.1016/j.marpetgeo . 2011.05.008 doi: 10.1016/j.marpetgeo.2011.05.008 Byerlee, J. D., & Brace, W. F. (1966). 粘滑作为地震的一种机制。*Science (80-.).*, *153*(3739), 990–992。 Conrad, H., Feuerstein, S., & Rice, L. (1967). 晶粒尺寸对铌的位错密度和流动应力的影响。*Mater. Sci. Eng.*, *2*(3), 157–168。doi: 10 .1016/0025-5416(67)90032-8 Cordero, Z. C., Knight, B. E., & Schuh, C. A. (2016). 霍尔–佩奇效应六十年——纯金属晶粒细化强化研究综述。*Int. Mater.Rev.*, *61*(8), 495–512。检索自 https://doi.org/10.1080/09506608 .2016.1191808 doi: 10.1080/09506608.2016.1191808 David, E. C., Brantut, N., & Hirth, G. (2020). 用于解释岩石三轴应力–应变曲线非线性与滞后的滑动裂纹模型及其在叶蛇纹石变形研究中的应用。《地球物理研究杂志：固体地球》, *125*(10), 1–35。doi: 10.1029/2019JB018970 De Bresser, J., & Spiers, C. J. (1990). 通过 r+ 和 f+ 滑移实现的方解石单晶高温变形。《地质学会特别出版物》, *54*(54), 285–298。doi: 10 .1144/GSL.SP.1990.054.01.25 De Bresser, J. H. (1991). 方解石的晶内变形（未发表的博士学位论文）。乌特勒支大学。De Bresser, J. H., & Spiers, C. J. (1997). 方解石中 r、f 和 c 滑移系的强度特征。《构造地球物理学》, *272*(1), 1–23。doi: 10.1016/S0040 -1951(96)00273-9 De Bresser, J. H. P. (1996). 实验变形方解石材料中的稳态位错密度：单晶与多晶体。《地球物理研究杂志：固体地球》, *101*(B10), 22189–22201。doi: 10.1029/96jb01759 De Bresser, J. H. P., & Spiers, C. J. (1993). 在 300–800°C 下变形的方解石单晶中的滑移系。《地球物理研究杂志：固体地球》, *98*(B4), 6397–6409。doi: 10.1029/92jb02044 De Cooman, B. C., Estrin, Y., & Kim, S. K. (2018). 孪晶诱发塑性（TWIP）钢。材料学报, *142*, 283–362。检索自 https://doi.org/

10.1016/j.actamat.2017.06.046 doi: 10.1016/j.actamat.2017.06.046 Donath, F. A., & Fruth, L. S. (1971). 应变率效应对变形机制和岩石类型的依赖性。*J. Geol.*, *79*, 347–371. Druiventak, A., Trepmann, C. A., Renner, J., & Hanke, K. (2011). 岩石圈条件下橄榄岩高应力变形期间橄榄石的低温塑性——一项实验研究。*Earth Planet. Sci. Lett.*, *311*(3-4), 199– 211. Retrieved from http://dx.doi.org/10.1016/j.epsl.2011.09.022 doi: 10.1016/j.epsl.2011.09.022

Dunstan, D. J., & Bushby, A. J. (2014). 金属强度的晶粒尺寸依赖性：Hall-Petch效应并非按晶粒尺寸平方根的倒数缩放。*Int. J. Plast.*, *53*, 56–65. 获取自 http://dx.doi.org/10.1016/ j.ijplas.2013.07.004 doi: 10.1016/j.ijplas.2013.07.004

Edmond,J. M., & Paterson, M. S. (1972). 高压下岩石变形过程中的体积变化。*Int. J. Rock Mech. Min. Sci.*, *9*, 161–182.

Evans, B., & Kohlstedt, D. L. (1995). 岩石流变学。In T. Ahrens (Ed.),岩石物理学与相态关系 (pp. 148–165). 美国地球物理联合会（AGU）。获取自 http://doi.wiley.com/10.1029/RF003p0148 doi: 10.1029/RF003p0148

Fischer, G., & Paterson, M. S.（1989）。高温和高压力下岩石变形过程中的剪胀。《地球物理研究杂志》，*94*(B12), 607–617。doi: 10 . 1007/978-3-540-29678-25364

Fredrich, J. T., Evans, B., & Teng-Fong Wong.（1990）。晶粒尺寸对脆性强度和半脆性强度的影响：对压缩破坏微观力学建模的启示。《地球物理研究杂志》，*95*(B7)。doi: 10.1029/jb095ib07p10907

Fredrich, J. T., Evans, B., & Wong, T. F.（1989）。卡拉拉大理岩中脆性到塑性转变的微观力学。《地球物理研究杂志》，*94*(B4), 4129–4145。doi: 10.1029/JB094iB04p04129

French, M. E., Zhu, W., Xiao, X., Evans, B., & Prior, D. J. (2022). 热增强作用下索尔恩霍芬石灰岩的水致弱化。《地球物理研究杂志：固体地球》，*127*(3), e2021JB022742。

Goetze, C., & Brace, W. F. (1972). 岩石高温流变学的实验室观测。《构造地球物理学》，*13*(1-4), 583–600. doi: 10.1016/ 0040-1951(72)90039-X

Goetze, C., & Evans, B. (1979年). 实验岩石力学对弯曲岩石圈中应力和温度的约束。*Geophys. J. R. Astron. Soc.*, *59*(3), 463–478. doi: 10.1111/j.1365-246X.1979.tb02567.x

Groma, I., & Bak´o, B. (1998年). 平行直位错系统中内部应力的概率分布. 《物理评论 *B*：凝聚态物质与材料物理》,*58*(6), 2969–2974. doi: 10.1103/PhysRevB.58.2969

Hall, E. O. (1951). 低碳钢的变形与时效：III 结果讨论. 《物理学会会刊 *B* 辑》, *64*(9), 747–753. doi: 10.1088/0370-1301/64/9/ 303

Hansen, L. N., Kumamoto, K. M., Thom, C. A., Wallis, D., Durham, W. B., Goldsby, D. L., . . . Kohlstedt, D. L. (2019). 橄榄石的低温塑性：晶粒尺寸、应变硬化与岩石圈强度。《地球物理研究杂志：固体地球》, *124*(6), 5427–5449. doi: 10.1029/2018JB016736

Harbord, C., Brantut, N., David, E. C., & Mitchell, T. M. (2022). 一种用于测量岩石变形过程中声速的高压、高温气体介质装置。《科学仪器评论》, *93*(5), 053908。检索自 https://doi.org/10.1063/5.0084477 doi: 10.1063/5.0084477

Heard, H. C. (1960年3月). 第7章：索伦霍芬石灰岩中从脆性断裂到韧性流动的转变与温度、围压和孔隙流体压力的关系。载于美国地质学会回忆录（第1933卷，第193–226页）。检索自 https://pubs.geoscienceworld.org/books/book/86/chapter/3788116/ doi: 10.1130/MEM79-p193

Horii, H., & Nemat-Nasser, N.（1986年）。压缩中的脆性破坏：劈裂断层作用与脆韧性转变。伦敦皇家学会哲学汇刊 *A* 辑：数学、物理科学，*319*(1549), 337–374。doi: 10.1098/rsta.1986.0101

Jamison, W. R., & Spang, J. H.（1976）。利用方解石双晶薄片推断差应力。美国地质学会公报，*87*(6), 868–872。doi: 10.1130/0016-7606(1976)87⟨868:UOCTLT⟩2.0.CO;2

Jiang, J., Britton, T. B., & Wilkinson, A. J.（2013）。铜在拉伸变形过程中位错密度分布的演变。材料学报，*61*(19), 7227–7239。取自 http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.027 doi: 10.1016/j.actamat.2013.08.027

Kal´acska，S.，Groma，I.，Borb´ely，A.，和 Isp´anovity，P. D.（2017）。关于

通过高分辨率电子背散射衍射和X射线线形分析获得的位错密度的比较。《应用物理学快报》，*110*（9）。doi：10.1063/1.4977569 Kocks，U. F.（1966）。流动应力与加工硬化的统计理论。哲学杂志，*13*（123），541–566。doi：10.1080/14786436608212647 Kocks，U. F.（1976年1月）。加工硬化与低温蠕变定律。工程材料与技术杂志，*98*（1），76–85。取自 https://asmedigitalcollection.asme.org/materialstechnology/article/98/1/76/401990/Laws-for-WorkHardening-and-LowTemperature-Creep doi：10.1115/1.3443340 Li，J. C.（1963）。Petch关系与晶界源。美国矿冶工程师学会冶金学会汇刊，*227*（1），239。Li，Y.、Bushby，A. J. 和 Dunstan，D. J.（2016）。Hall-Petch效应作为普遍尺寸效应的一种表现。英国皇家学会会刊*A*辑：数学、物理与工程科学，*472*（2190）。doi：10.1098/rspa.2015.0890

Luster, J., & Morris, M. A. (1995). 两相 Ti-Al 合金中变形的协调性：对微观组织和取向关系的依赖。冶金与材料学报*A*辑, *26*(7), 1745–1756. doi: 10.1007/BF02670762

Maaß, R., & Derlet, P. M. (2018). 微塑性及间歇塑性与小尺度塑性研究的最新进展。材料学报, *143*, 338–363. doi: 10.1016/j .actamat.2017.06.023 Maurice, C., Dzieciol, K., & Fortunier, R. (2011). 一种精确定位EBSD花样中心的方法。*Ultramicroscopy*, *111*(2), 140–148. Retrieved from http://dx.doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.10.007 doi: 10.1016/j . ultramic.2010.10.007 Mecking, H., & Kocks, U. F. (1981). 流动动力学与应变硬化。冶金学报, *29*(11), 1865–1875. doi: 10.1016/0001-6160(81)90112-7 Meyers, M. A., & Ashworth, E. (1982). 晶粒尺寸对金属屈服应力影响的模型。哲学杂志*A*辑：凝聚态物理、结构缺陷与力学性能, *46*(5), 737–759. doi: 10.1080/01418618208236928 Mikami, Y., Oda, K., Kamaya, M., & Mochizuki, M. (2015). 使用EBSD进行微观应力测量时参考点选择的影响。材料科学与工程*A*辑, *647*, 256–264. Retrieved from http://dx.doi.org/10.1016/ j.msea.2015.09.004 doi: 10.1016/j.msea.2015.09.004

Mogi,K. (1964). 围压下岩石的变形与断裂（1）：干燥岩石样品的压缩试验。地震研究所通报, *42*(3), 491– 514.

Nemat-Nasser, S., & Horii, H. (1982). 压缩诱发的非平面裂纹扩展及其在劈裂、剥落和岩爆中的应用。《地球物理研究杂志》, *87*(B8), 6805–6821. doi: 10.1029/JB087iB08p06805

Nicolas, A., Fortin, J., & Gu´eguen, Y. (2017). 脆性和半脆性状态下石灰岩低温恒应变速率变形的微观力学本构模型。《国际地球物理学杂志》, *211*(1), 300–321. doi: 10.1093/GJI/GGX299

Olsson, W. A. (1974). 大理岩屈服应力的晶粒尺寸依赖性。《地球物理研究杂志》, *79*(32), 4859–4862. doi: 10.1029/jb079i032p04859 Olsson, W. A., & Peng, S. S. (1976). 大理岩中的微裂纹成核。*Int. J. RockMech. Min. Sci. Geomech.*, *13*(2), 53–59. doi: 10.1016/0148-9062(76)90704-X

Paterson, M. S.（1958）。Wombeyan 大理石的实验变形与断层作用。美国地质学会会刊, *69*(4), 465–476。doi: 10.1130/0016-7606(1958)69[465: EDAFIW]2.0.CO;2

Petch, N.J.（1953）。多晶体的解理强度。伦敦钢铁学会期刊, *174*, 25–28。

Prior, D. J., Trimby, P. W., Weber, U. D., & Dingley, D. J. (1996). 利用扫描电子显微镜中的前向散射探测器对岩石微观结构进行取向衬度成像。《矿物学杂志》, *60*(403), 859–869. doi: 10.1180/minmag.1996.060.403.01 Quintanilla-Terminel, A., Zimmerman, M. E., Evans, B., & Kohlstedt, D. L. (2017). 应用于岩石蠕变的微尺度和纳米尺度应变制图技术。《固体地球》, *8*(4), 751–765. doi: 10.5194/se-8-751-2017 Quintanilla-Terminel, A., & Evans, B. (2016, aug). 卡拉拉大理岩蠕变过程中非弹性应变的非均质性：微尺度应变测量技术。《地球物理研究杂志：固体地球》, *121*(8), 5736–5760. Retrieved from https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/2016JB012970 doi: 10.1002/2016JB012970 Renner, J., Evans, B., & Siddiqi, G. (2002). 方解石的位错蠕变。《地球物理研究杂志：固体地球》, *107*(B12), ECV 6–1–ECV 6–16. doi: 10.1029/2001jb001680

Rowe, K. J., & Rutter, E. H. (1990). 利用方解石双晶进行古应力估算：实验标定及其在自然界中的应用。《构造地质学杂志》, *12*(1), 1– 17. doi: 10.1016/0191-8141(90)90044-Y

Rutter, E. H.（1974年）。温度、应变率和粒间水对方解石岩石实验变形的影响。《构造地球物理学》， *22*(3-4)，311– 334。doi: 10.1016/0040-1951(74)90089-4

Rutter, E. H.（1986年）。关于岩石破坏模式转变的命名法。《构造地球物理学》，*122*(3-4)，381–387。doi: 10.1016/0040-1951(86)90153-8

Rutter, E. H.、Wallis, D. 和 Kosiorek, K.（2022年5月）。电子背散射衍射在方解石双晶古测压中的应用。《地球科学》， *12*(6)，222。取自 https://www.mdpi.com/2076-3263/12/6/222 doi: 10.3390/geosciences12060222

Rybacki, E., Evans, B., Janssen, C., Wirth, R., & Dresen, G. (2013). 变形实验所约束的应力、温度和应变对方解石孪晶的影响。《构造地球物理学》，601。检索自 http://dx.doi.org/ 10.1016/j.tecto.2013.04.021 doi: 10.1016/j.tecto.2013.04.021

Rybacki, E., Niu, L., & Evans, B. (2021年). 卡拉拉大理石的半脆性变形：硬化与双晶诱导塑性。《地球物理研究杂志：固体地球》，126(12). doi: 10.1029/2021jb022573

Scholz, C. H. (1998年). 地震与摩擦定律。《自然》， 391(6662), 37–42. doi: 10.1038/34097

Scholz, C. H.（2002年）。地震与断层作用力学。doi: 10.1017/cbo9780511818516

Schubnel, A., Fortin, J., Burlini, L., &Gu´eguen, Y.（2005年）。碎裂流变域中变形的方解石岩石的损伤与恢复。《地质学会特别出版物》， *245*，203–221。doi: 10.1144/GSL.SP.2005.245.01.10

Shen, Z., Wagoner, R., & Clark, W. (1986年6月). 304不锈钢中的位错塞积与晶界相互作用。《冶金学学报》, 20(6), 921– 926. 获取自 https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/ 0036974886904679 doi: 10.1016/0036-9748(86)90467-9 Spiers, C. J. (1979). 400°C变形方解石多晶体中的组构演化。Bull. Min ´eralogie, 102(2), 282–289. doi: 10.3406/bulmi.1979.7289 Stroh, A. (1954). 塑性流动导致的裂纹形成。《Proc. R.

Soc. Lond. A. Math. Phys. Sci., 223(1154), 404–414.

Taylor, G. (1934, jul). 晶体塑性变形的机制。第一部分——理论。*Proc. R. Soc. London. Ser. A, Contain. Pap. aMath. Phys. Character*, *145*(855), 362–387. 取自 https:// royalsocietypublishing.org/doi/10.1098/rspa.1934.0106 doi: 10.1098/rspa.1934.0106

Townend, J., & Zoback, M. D. (2000). 断层作用如何维持地壳的强度。《地质学》, *28*(5), 399–402. doi: 10.1130/0091-7613(2000)028⟨0399:HFKTCS⟩2.3.CO;2

Turner, F.J., Griggs, D.T.,& Heard, H. C. (1954年). 方解石晶体的实验变形。美国地质学会公报, *65*, 883–934. 取自 http:// gsabulletin.gsapubs.org/content/119/7-8/882.short

Underwood, E. E.（1970年）。定量体视学。马萨诸塞州雷丁，Addison-Wesley 出版公司。

Wallis, D.、Hansen, L. N.、Britton, T. B. 和 Wilkinson, A. J.（2019年）。高角分辨率电子背散射衍射：绘制地质矿物晶格畸变的新工具。《地球物理研究杂志：固体地球》，*124*（7），6337–6358。doi：10.1029/2019JB017867

Wallis, D.、Hansen, L. N.、Wilkinson, A. J. 和 Lebensohn, R. A.（2021年）。橄榄石中的位错相互作用控制上地幔的震后蠕变。《自然·通讯》，*12*（1），1–12。取自 http://dx.doi.org/10.1038/s41467 -021-23633-8 doi: 10.1038/s41467-021-23633-8

Wallis, D.,Lloyd, G.E., & Hansen, L. N.（2018年）。应变硬化在印度西北部喀喇昆仑断裂带大理岩中从位错介导变形向摩擦变形转变过程中的作用。《构造地质学杂志》，*107*（2017年6月），25–37。doi：10.1016/j.jsg.2017.11.008

Wallis, D., Sep, M., & Hansen, L. N.（2022）。橄榄石中长程位错相互作用导致俯冲带的瞬态蠕变。《地球物理研究杂志：固体地球》，*127*（1）。doi: 10.1029/2021JB022618

Wilkinson,A. J., Meaden, G., & Dingley, D. J.（2006）。通过电子背散射衍射花样进行高分辨率弹性应变测量：全新的灵敏度水平。*Ultramicroscopy*, *106*（4-5），307–313。doi：10.1016/j.ultramic.2005.10.001

Wilkinson, A. J., Tarleton, E., Vilalta-Clemente, A., Jiang, J., Britton, T. B., &

Collins, D. M.（2014）。含位错晶体中内应力的概率分布测量。《应用物理学快报》，*105*(18)。检索自 http://dx.doi.org/10.1063/1.4901219 doi: 10.1063/1.4901219 Wong, T.-F.（1990）。关于位错塞积形核裂纹的传播行为的简述。《地球物理研究杂志》，*95*(B6)，8639。检索自 http://doi .wiley.com/10.1029/JB095iB06p08639 doi: 10.1029/JB095iB06p08639