

陈卫昌,李守定,李晓,等. 2022. 岩石内应力的 X 射线-中子散射测量方法[J]. 工程地质学报, 30(1): 223-233. doi: 10.13544/j.cnki.jeg.2020-236

Chen Weichang, Li Shouding, Li Xiao, et al. 2022. A novel method for determination of rock inner stress based on X-ray and neutron scattering [J]. Journal of Engineering Geology, 30(1): 223-233. doi: 10.13544/j.cnki.jeg.2020-236

岩石内应力的 X 射线-中子散射测量方法*

陈卫昌^{①②③} 李守定^{①②③} 李晓^{①②③} 王思敬^{①②③} 何伦华^{④⑤⑥}
刘世民^{①②③⑦}

(①中国科学院地质与地球物理研究所, 中国科学院页岩气与地质工程重点实验室, 北京 100029, 中国)

(②中国科学院地球科学研究院, 北京 100029, 中国)

(③中国科学院大学, 行星与地球科学学院, 北京 100049, 中国)

(④中国科学院物理研究所, 北京国家凝聚态物理学实验室, 北京 100190, 中国)

(⑤散裂中子源科学中心, 东莞 523803, 中国)

(⑥松山湖材料实验室, 东莞 523808, 中国)

(⑦美国宾夕法尼亚州立大学, 地球与矿产科学学院, University Park PA 16802, 美国)

摘要 岩石内应力的储存和释放对深地资源和能源开发具有重要约束。矿物晶格间距的动态变化是揭示岩石内应力演化的重要指示。X 射线衍射法是当前获取矿物晶体结构的主要手段, 可以准确测定矿物的特征衍射峰。但是, 对于具有复杂结构和矿物组成的岩石, X 射线在穿透过程中携带的统计信息, 难以反映矿物晶格间距的细节特征。中子射线的能量高、穿透深度大, 且与原子核反应, 因而能更准确地刻画矿物元素位置和结构细节, 但中子的波长较长、校准困难, 结果具有不确定性, 导致中子射线在岩石内应力研究中未能发挥应有作用。在分析 X 射线、中子技术优势和固有局限的基础上, 提出了岩石内应力的 X 射线-中子衍射测量方法, 重点剖析了该方法的基本原理, 提出了该方法的关键技术与研究前景。得出了如下结论: 利用 X 射线在确定岩石矿物晶格参数的优势, 结合加热处理等技术, 可实现岩石矿物无应力条件下晶格间距的标定; 采用中子衍射技术可精确测量岩石矿物的衍射偏移峰, 实现岩石内应力深度轮廓的精准刻画; 结合 X 射线与中子的优势, 可实现岩石内应力绝对值的精确测量。提出的技术手段有利于揭示岩石内应力的微观储存和释放过程, 以及长期存留的物质条件和物理学机制, 并有望为岩石矿物组成和微观结构研究提供一种新的技术方案。

关键词 岩石内应力; X 射线衍射; 中子衍射

中图分类号: TV223.1 **文献标识码:** A **doi:** 10.13544/j.cnki.jeg.2020-236

* 收稿日期: 2020-06-12; 修回日期: 2020-08-14.

基金项目: 国家自然科学基金项目(资助号: 42090023), 中国科学院重点部署项目(资助号: ZDRW-ZS-2021-3-1, ZDBS-LY-DQC003, YJKYYQ20190043, KFZD-SW-422), 中国科学院战略先导科技专项 A 类(资助号: YDA14040401), 第二次青藏科考项目(资助号: 2019QZKK0904), 中国科学院关键技术人才项目。

This research is supported by National Natural Science Foundation of China(Grant No. 42090023), Key Deployment Program of Chinese Academy of Sciences(Grant Nos. ZDRW-ZS-2021-3-1, ZDBS-LY-DQC003, YJKYYQ20190043, KFZD-SW-422), the Strategic Priority Research Program of Chinese Academy of Sciences (A)(Grant No. YDA14040401), the Second Tibetan Plateau Scientific Expedition and Research(STEP) Program(Grant No. 2019QZKK0904) and CAS Key Technology Talent Program.

第一作者简介: 陈卫昌(1989-), 男, 博士, 主要从事工程地质力学研究。E-mail: cwc@mail.iggcas.ac.cn

通讯作者简介: 李守定(1979-), 男, 博士, 正高级工程师, 博士生导师, 主要从事工程地质力学研究。E-mail: lsdlyh@mail.iggcas.ac.cn

A NOVEL METHOD FOR DETERMINATION OF ROCK INNER STRESS BASED ON X-RAY AND NEUTRON SCATTERING

CHEN Weichang^{①②③} LI Shouding^{①②③} LI Xiao^{①②③} WANG Sijing^{①②③} HE Lunhua^{④⑤⑥} LIU Shimin^{①②③⑦}

(^①Key Laboratory of Shale Gas and Geoenvironment, Institute of Geology and Geophysics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100029, China)

(^②Innovation Academy for Earth Science, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100029, China)

(^③College of Earth and Planetary Sciences, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

(^④Beijing National Laboratory for Condensed Matter Physics, Institute of Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

(^⑤Spallation Neutron Source Science Center, Dongguan 523803, China)

(^⑥Songshan Lake Materials Laboratory, Dongguan 523808, China)

(^⑦Department of Energy and Mineral Engineering, The Pennsylvania State University, University Park PA 16802, USA)

Abstract The dynamic change of lattice spacing of rock minerals reflects the process of inner stress storage and release in rock. X ray diffraction is a major approach to determine minerals crystal structure parameters, including lattice spacing. It is difficult to inverse detailed structure of minerals by X ray due to restrictions of information presented by X ray attenuation, which are statistically average. Fine mineral structures and element location could be obtained by neutron rays because of high-energy and thick penetration depth. The measurement of lattice spacing of rock minerals is the most pressing problem in understanding of rock inner stress storage and release. In this work, a novel method for determination of rock inner stress based on X-ray and neutron diffraction is proposed. The basic principle of the method is analyzed, and the key technology and research prospects of the method are proposed. The following conclusions are drawn: taking the advantage of X-rays in determining the lattice parameters of rock minerals, we can achieve the dating of the lattice spacing of rock minerals combined with heat treatment technology. The diffraction deviation peaks of rock minerals then can be accurately measured by neutron diffraction technology, aiming at achieving the accurate depiction of the depth profile of the stress in the rock. The absolute measurement of the absolute value of the stress in the rock can be achieved by combining X-rays and neutrons. The methods proposed in this paper are helpful to reveal the microscopic storage and release process of the stress in the rock, as well as the long-term remaining material conditions and physical mechanical mechanisms, and are expected to provide a new technical solution for the study of rock mineral composition and microstructure.

Key words Rock inner stress; X-ray diffraction; Neutron diffraction

0 引言

当今世界资源勘探开发已向地球第二深度空间(2000~10 000 m)挺进,针对地下空间及深部资源能源开发的巨大需求,以及高地温高地应力的挑战,亟需提高对深部岩石应力状态的认识。深部岩石在高温高压条件下,矿物结晶和重结晶的温度压力不同,后结晶的晶体格架刚度很强,往往可以约束压力较高时结晶的软矿物变形,因而岩石中保存较高的应力,由于岩石内部约束不能释放,并以自平衡状态赋存于岩石中的应力称为岩石内应力(王思敬,

1984; 钱七虎等, 2011; 钱七虎, 2013; 岳中琦, 2014)。内应力是地应力场的重要组成部分,重要特征就是不能立即释放,因而蕴含了丰富的岩石结构、构造和力学演化信息(安欧等, 1991)。另一方面,岩石内应力的宏观测量结果表明,岩石内应力广泛存在于古老沉积岩、深成岩浆岩和高级变质岩中,且最大主应力的量级超过 10 MPa,它影响着岩石的力学性质和行为,也是准确评价岩石工程的重要约束(Friedman, 1972; 安欧, 2011; 陈卫昌等, 2018)。

与残余应力不同,岩石内应力是指在边界约束完全解除后由于内部约束造成的内应力,它的基本特征是储存了弹性应变能。大量的岩爆实例和卸荷

试验证明了岩石可以储存弹性应变能(谢和平, 1996; 张黎明等, 2007; 陈卫忠等, 2010; 何满朝, 2011), 这往往与岩石的物质结构状态密切相关(王思敬, 1984; Chen et al., 2018)。但是, 由于岩石自身矿物和结构的多样性以及后期改造过程的复杂性, 当前针对岩石内应力的研究多停留在概念、假说和讨论层面(吕爱钟等, 2004; Yue, 2012, 2013; 陈卫昌等, 2018)。岩石内应力是地质历史演化过程中产生的特殊表现, 蕴含着丰富的岩石属性特征和内力演化信息, 备受关注; 但是, 因应力测量技术发展的滞后, 岩石内应力定量化的储存和释放规律的相关报道还非常有限。岩石内应力作为地应力的重要组成部分, 对岩爆、软岩变形往往具有重要影响, 它的释放直接影响岩石工程的安全, 研究岩石内应力的释放规律是解决深部岩石工程的关键问题之一。众多研究和讨论已经表明, 基于岩石微观结构特征研究是揭示岩石内应力储存机理和释放规律的主要途径(Voight, 1966; 刘雄, 1994; 钱七虎等, 2004; 岳中琦, 2014), 但是内应力的精确测量技术的滞后, 严重限制了对其基本特征和储存释放规律的研究。

根据文献资料(Friedman, 1972; Daymond, 2006; Sekine et al., 2009), 可以认为内应力的基本内涵是储存在材料内部的弹性变形。在微观上, 弹性变形被广泛认为是晶体的晶格间距, 是确定测试方法的基本依据; 在宏观上, 弹性变形可以以应变恢复的形式表现, 例如岩芯饼化现象, 因而可以通过应变监测(水力压裂、应力接触等)进行内应力的测试。实际上, 内应力的微观-宏观尺度关系的构建是岩石内应力目前研究的重点和难点问题, 对岩石材料而言, 因矿物组成和结构的复杂而更加困难。

岩石内应力的精确测量主要存在以下固有困难, 首先, 天然岩石内应力具有不确定性, 基于应力解除的宏观应力测量技术通常需要不断改变应变计布设方式, 且内应力的释放程度有限, 不能获取应力的深度轮廓, 测试结果的可靠性较差(Barsanescu et al., 2009); 另外, 岩石内应力的储存和释放与岩石本身尺寸、外部温度压力条件以及时间等因素密切相关, 这也给岩石内应力的精确测量造成了干扰。为此, X 射线衍射技术被提出用于各向同性材料的应力检测, 利用晶体的变形和弹性常数计算内应力的大小。应力的衍射测试技术在一定程度上克服了宏观测量技术的缺点, 显著提高了应力测量结果的精度和可靠度, 在材料领域发挥了重要作用。

然而, 射线衍射法较适用于对称性较高或较均匀的细粒矿物晶体的测试, 对于多矿物集合体, 衍射图谱的峰值易干扰重叠, 获得高精度的晶体衍射峰值变得非常困难, 另一方面, 岩石由多种矿物组成, 具有强烈的各向异性特征, 给射线应力测定技术提出了更高要求。组成岩石矿物的晶体结构不同, 其力学响应和变形能力必然存在差别, 导致衍射图谱宽化效应更加明显, 难以提取目标矿物的有效信息。除此之外, 受 X 射线穿透能力的限制($100\ \mu\text{m}$), X 射线衍射测试的应力大多只反映了岩石表层的应力状态, 而无法获得内应力的深部轮廓。因此, 为了揭示岩石内应力的储存机理和释放特征, 需要发展新的应力测量技术。

1 内应力 X 射线-中子散射测量技术

1.1 宏观应力测量技术和 X 射线衍射技术在岩石内应力微观表征中存在局限

内应力的测量技术, 包括应变片式应变计、局部 LVDT 传感器以及图像测量系统等宏观测试的方法(Voight, 1966, 1967; Gallagher, 1971), 以及基于电子束射线成像技术的微观测试方法, 是岩土体应力检测的重要途径, 在岩土体的变形测量中发挥了重要作用。对于岩石标本尺度的变形测试, 尽管能用宏观测量技术初步分析岩石内应力的分布和量级, 结果可以证明岩石内应力的存在(Swolfs, 1974; 王思敬, 1984)。但是, 岩石内应力具有天然的不确定性, 宏观测量技术用于岩石内应力的测试, 通常需要改变表面应变计的布设方式, 且测试范围有限, 测试精度较差(Withers et al., 2001), 在揭示岩石内应力的储存机理和释放特性方面研究不足。

岩石的应力的衍射测定方法是指利用射线衍射过程中的布拉格定律, 利用射线的波动性, 测量多晶样品的晶格间距, 然后结合布拉格定律分析晶体的微观应变(晶格间距)来推算应力(图 1)。矿物的晶格间距通常状态下是一个常数, 且在弹性状态下保持稳定(Bemporad et al., 2014), 因此可以通过 X 射线衍射确定矿物种类, 但当矿物受到外力作用时, 矿物的晶格间距会发生变化, 这就为 X 射线衍射法测定应力提供了可能(Sebastiani et al., 2011)。对石英和方解石矿物进行退火处理(图 2), 发现石英和方解石矿物的晶格间距随着温度的升高而逐渐趋于定值, 而标准石英和方解石矿物在 $600\ \text{°C}$ 以内的热

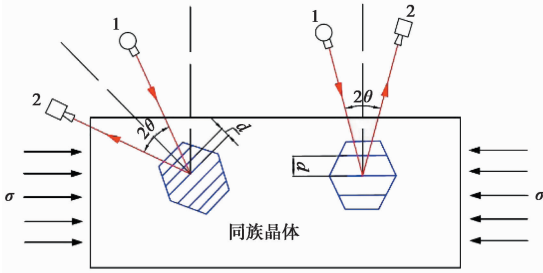


图1 X射线法测试内应力的基本原理

Fig. 1 Schematic diagram of the basic principle of X-ray method for measurement of rock inner stress

1 为入射 X 射线; 2 为衍射线; d 为同族矿物晶体的晶格间距; 2θ 为衍射角

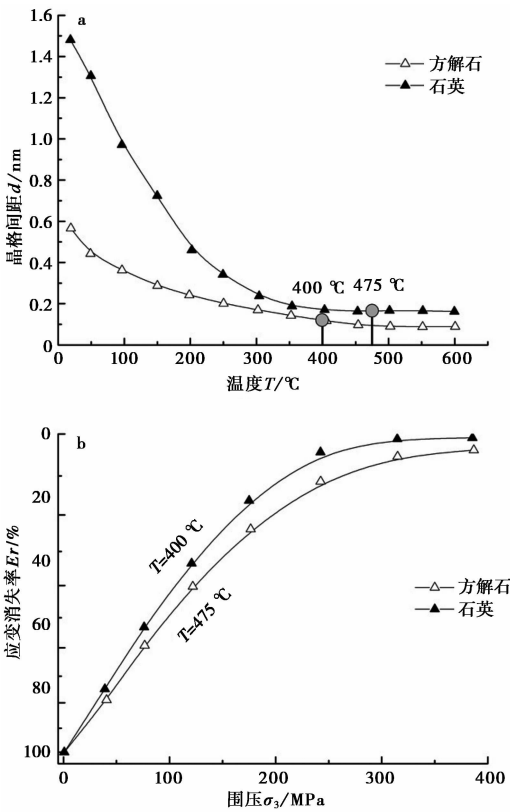


图2 石英和方解石从岩石中取出后的退火曲线和应变释放率(据安欧(2011))

Fig. 2 Annealing curve and strain release rate of quartz and calcite after being removed from the rock(After An (2011))

a. 晶格间距随温度的变化; b. 应变消失率随围压的变化

膨胀系数是常数,也就是说内应力导致了矿物晶格间距与温度应力的非线性关系,这表明晶格间距的变化是内应力的微观存在形式,也为内应力的微观测定提供了思路。

此外,应力的微观测定方法还包括基于电子束激发的扫描电镜法(SEM)扫描/透射电子显微镜(STEM/TEM)、X射线CT法(X-ray CT)等电子成像

技术(图3),是材料表面内应力的测试和表征的重要手段,在微区结构测量中发挥了重要作用(Hoger, 1986),也是认知地质材料和现象、过程与动因的重要途径(Chen et al., 2017; 李守定等, 2018)。尽管上述代表性方法各有特长,都是非常成熟的射线成像方法,但是,对于岩石矿物晶体结构的解析,尤其是晶格间距的测量,传统的射线技术在分辨率、抗干扰性能、穿透深度、样品条件要求等方面存在固有的缺陷,这是因为传统的射线成像技术多为电子束激发,在穿透复杂结构和矿物过程中极易发生电子跃迁,同时受到岩石中磁性矿物的干扰,测试精度和穿透深度会受到极大的影响。

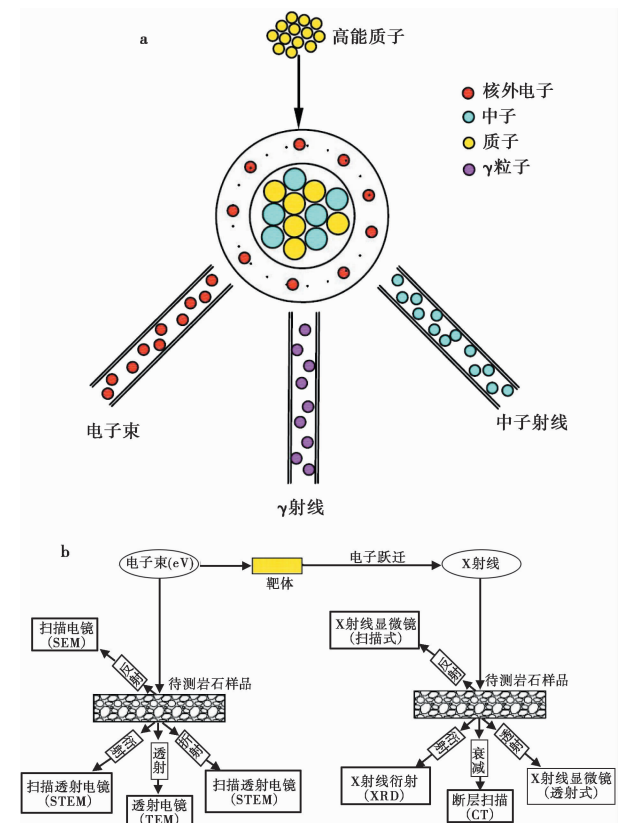


图3 电子束和X射线的射线技术

Fig. 3 The basic process of electron beam radiography technology

a. 电子束、X射线、 γ 射线和中子射线的产生过程示意图;
b. 基于电子束和X射线的应用技术

1.2 岩石内应力 X 射线-中子散射法测试的提出

X射线衍射法测定岩石矿物的晶格间距具有其他射线成像技术不可比拟的优势,特别是在晶胞参数的精密测量方面,高能同步辐射XRD发挥了重要作用(Epp, 2016)。X射线是电磁波,无静止质量,在均匀介质中的传播速度不变,而中子属物质波,在

均匀介质中的运动速度受传播介质的影响(姜传海等,2013),也就是说 X 射线的波长-频率关系与中子的动量-能量关系不同(图 4)。中子散射的穿透深度较大,且与原子核反应,在确定矿物细节结构和元素位置上,具有 X 射线难以实现的优势。利用 X 射线对高地应力地区岩石表层中 α 石英矿物进行晶格间距的测定,发现与标准 α 石英矿物的晶格间距不同(Chen et al.,2018),这在一定程度上肯定了内应力的存在(图 5)。

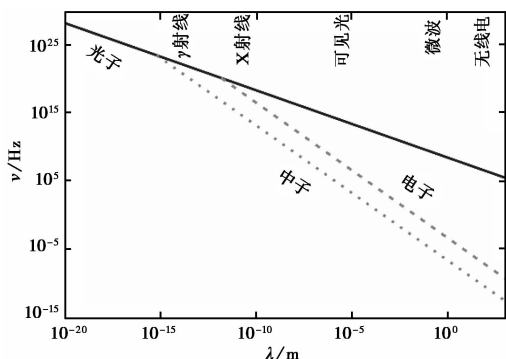


图 4 X 射线和中子的时空散射对照

Fig. 4 Comparison of space-time scattering of X-ray and neutron

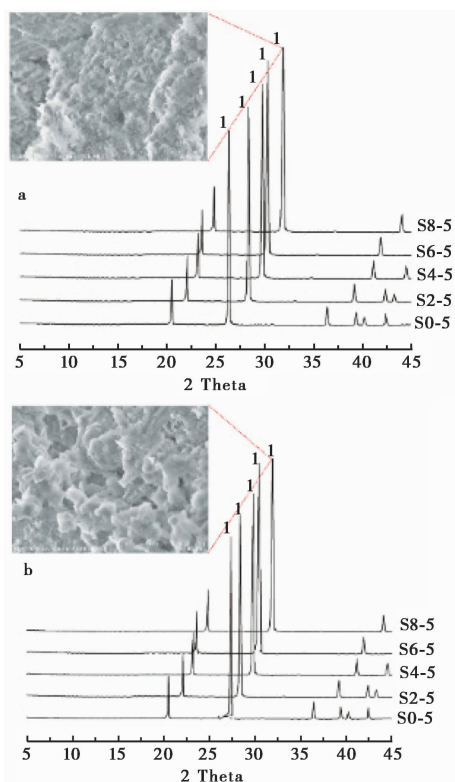


图 5 人工内应力标本石英矿物的 X 射线衍射结果(Chen et al.,2018)

Fig. 5 X-Ray diffraction results of quartz minerals from artificial inner stress specimens(Chen et al.,2018)

a. 加热前的结果; b. 加热后的结果

但是 X 射线衍射法测定晶格间距最大的局限在于它难以获取深部矿物晶格间距的动态变化 Δd , 即获得的结果是表层矿物的宏观平均信息,不能获得深部矿物的细节结构特征。尽管可以采用加热的手段促使晶格应变释放,但试样已被破坏,内应力随之改变。同时 X 射线的穿透深度极为有限,一般情况下,测量厚度范围多局限于表面,需采用剥层分步测试,也就是说 X 射线衍射仅能测试表面应力状态。

与常用的 X 射线衍射、X 射线 CT 和扫描电镜 (SEM) 等方法相比,中子散射技术因中子束能量高、无电子跃迁等特性,在穿透深度、探测精度和探测范围等方面具有 X 射线难以实现的优势 (Woracek, et al.,2011),易于开展极端条件下(低温、高压和强磁场)物质结构和动态的研究,而成为材料探测最重要的途径之一,在生物、材料和原子物理研究领域发挥了重要作用(魏志勇等,2006; Woracek et al.,2018)。

然而,中子的波长较长,存在中子散射波长校准的困难,因此中子散射的结果存在不确定性的特点 (Santisteban et al.,2002),但是基于 X 射线衍射结果,充分利用宽角扫描的多个 X 射线衍射峰信息,结合中子衍射技术可实现特定峰位的晶格间距变化以及无应力状态条件下的晶格间距测量(晶格间距标定)利于内应力绝对值的计算。利用 X 射线、中子散射联合应力测定技术具有明显的优点: X 射线衍射获取的岩石矿物晶体参数信息是宏观的统计结果,与晶体结构信息库对比可筛查高应变能矿物,因而能实现目标矿物的精确追踪定位,在一定程度上解决了岩石内应力不确定性的特点;另一方面,中子散射的穿透深度大、能量高,根据筛查结果可实现特定峰位矿物的晶格间距高精度测量,有效避免了干扰矿物的影响和试样破坏。

1.3 X 射线-中子散射法测试岩石内应力的基本原理

1.3.1 X 射线测试应力的基本过程

X 射线衍射应力法测试岩石应力最初是由 Firedman(1967)提出的, X 射线衍射法是无损的,可有效避免体积膨胀、微裂隙对应力释放的影响。近年来随着技术的发展,同步辐射 X 射线技术手段也逐渐发展起来 (Frischbutter et al., 2000; Pintschovius et al., 2000; Meredith et al., 2001; Schofield et al.,2003; Daymond, 2006)。21 世纪初, Sekine et al.(2009)利用 X 射线衍射法对变质岩石英脉进行了表层残余应力的测试。

在实际研究过程中, X 射线衍射法测试材料内应力一般采用 $\sin^2\Psi$ 法, 包括同倾法和侧倾法 (Friedman, 1972; Noyan et al., 1987), 也称双轴应力分析法, 其基本原理也是布拉格定律。下面总结了 X 射线测试材料内应力的基本过程, 主应变 (残余应变) 可以通过 X 射线测量的 7 个方向上的残余应变确定 (图 6), i 方向上的残余应变可用式 (1) 表示:

$$e_i = \frac{d_{\text{meas}}(hkl) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)} \quad (1)$$

其中: $d_{\text{meas}}(hkl)$ 为待测晶格平面 (hkl) 测量得到的晶格间距; $d_0(hkl)$ 为无应力条件下的晶格间距, 无应力条件下的晶格间距的精确测量存在困难, 当前多采用单轴压缩试验的手段获取该值 (Wieder, 2000)。

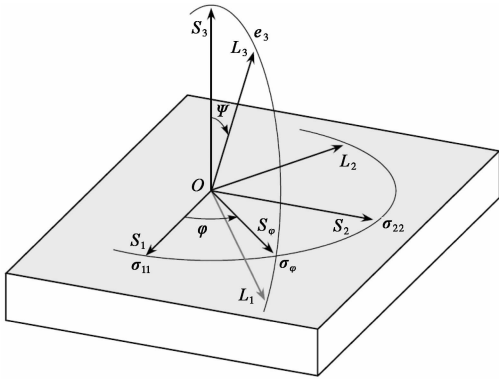


图 6 $\sin^2\Psi$ 法的样品坐标系和实验坐标系示意图
(据姜传海等(2013))

Fig. 6 Schematic diagram of sample coordinate system and experimental coordinate system using $\sin^2\Psi$ method
(After Jiang et al. (2013))

利用样品坐标系 (S) 和实验室坐标系 (L) 的夹角 Ψ 和 φ 实现样品坐标和 X 射线衍射试验坐标的结合, S_1 和 S_2 是样品表面平面, S_3 为样品表面垂直方向; L_1 和 L_2 是衍射晶格平面, L_3 是晶格平面垂直方向; S_φ 轴表示 L_1 - L_3 平面内样品的表面方向。

假设双轴应力场是由样品表面自由应力松弛引起的, L_3 方向的应变 (e_3) 为:

$$e_3 = \frac{1+\nu}{E}(\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi) \times \sin^2\Psi - \frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (2)$$

利用晶格间距在 L_3 方向的投影为 $d_{\psi\varphi}$, 则有

$$e_3 = \frac{d_{\psi\varphi}(hkl) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)} \quad (3)$$

试样表面平面内沿给定方向的应力分量 σ_φ :

$$\sigma_\varphi = \sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi \quad (4)$$

L_3 方向的应变 (e_3) 可表示为:

$$e_3 = \frac{1+\nu}{E}\sigma_\varphi\sin^2\Psi - \frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (5)$$

通过上式可以发现 e_3 与 $\sin^2\Psi$ 呈线性相关。

根据布拉格定律 $2d\sin\theta = n\lambda$ 与 θ 的关系, 得到

$$\frac{\Delta d}{d} = -\frac{\cot\theta\Delta 2\theta}{2} \quad (6)$$

L_3 方向的应变 e_3 可表示为:

$$e_3 = \frac{d_{\psi\varphi}(hkl) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)} = -\frac{\cot\theta_0(2\theta_{\psi\varphi} - 2\theta_0)}{2} \quad (7)$$

试样表面平面内沿给定方向的应力分量 σ_φ 可表示为:

$$\sigma_\varphi = K_s M \quad (8)$$

式中: K_s 为应力常数, M 为 2θ - $\sin^2\Psi$ 的斜率。

$$K_s = -\frac{E}{2(1+\nu)}\cot\theta_0 \quad (9)$$

$$M = \frac{\partial(2\theta_{\psi\varphi})}{\partial(\sin^2\Psi)} \quad (10)$$

因此, 应力常数 K_s 确定后, 即可利用样品坐标系 (S) 和实验室坐标系 (L) 的夹角 Ψ 和 φ 计算 φ 方向应力大小。但是, 岩石材料的弹性常数 (E, ν) 各项异性强烈, 多与晶体取向有关, K_s 必须通过实验确定。

在平行于样品表面的晶格平面 ($2\theta_{\varphi 0}$) 上, 斜率 M 和衍射角 θ_0 随外加应力的关系可表示为:

$$\frac{\partial M}{\partial \sigma} = -\frac{2(1+\nu_x)}{\cot\theta_0 E_x} \quad (11)$$

$$\frac{\partial(2\theta_0)}{\partial \sigma} = \frac{2\nu_x}{\cot\theta_0 E_x} \quad (12)$$

因此, 衍射角 θ_0 确定后, 可得到材料弹性常数; 若 θ_0 难以获取, 则可通过平行于样品表面的晶格平面 ($2\theta_{\varphi 0}$) 代替。在进行三维应力测量时, 必须首先精确测定矿物无应力状态下的衍射角 θ_0 , 这实质上是要完成点阵常数的精确测量, 而在许多情况下无法获得无应力的试样, 从而给三维应力测量带来不便。

1.3.2 中子散射测试应力的基本原理

中子散射和 X 射线衍射的原理相似, 但测定方法不同, 针对地质材料, X 射线可对表层内应力进行测试, 但受限于 X 射线的能量, 其穿透深度有限。中子的能量大, 可对深部的内应力进行散射测量, 也

称广角散射。利用中子散射可直接测量由晶格间距的变化引起的应变张量的分量,当中子辐射波长与矿物晶体的原子晶格间距一致时,会产生独特的布拉格峰。如果岩石材料的平均弹性应变发生变化,则会导致衍射峰的偏移,而岩石材料中的平均应力维持不变,但应力分布发生变化,则会导致衍射峰宽化。为了精确确定衍射峰位置,在峰拟合过程中使用适当的峰形状非常重要,特别是在宽度可能发生变化的情况下尤为重要。

中子衍射的基本过程如下,对于单色波长源,由布拉格定律的微分给出:

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d_0} = -\Delta\theta \cot \theta_0 \quad (13)$$

式中: $\Delta\theta$ 为弧度单位; θ_0 和 d_0 分别为无应力状态条件下材料的衍射角和晶格间距。

在其工作原理上,用于应变测量的中子衍射仪与通用粉末衍射仪非常相似。图 7 给出了从反应堆发射出连续中子束的应变测量示意图,中子束经准直器打到晶体单色器上被衍射,衍射束经快门孔径被监视计数,经 Soller 准直器,衍射束晶格孔径光栅打到待测样品上产生衍射,衍射束经过 Soller 准直器后被探测器探测。对于无内应力的多晶样品,单色中子束的衍射角 2θ 和晶格间距 d_0 存在固定的一一对应关系。对于存在内应力的样品,衍射峰将改变 $\Delta\theta = \tan \theta \times \Delta d / d$,垂直于该晶面方向,即散射矢量 Q 方向的晶格应变 $\varepsilon = \Delta d / d = \Delta\theta \times \cot \theta$ 。因此,通过对样品 6 个方向上的晶格应变测量,可获取材料内部应力状态的应变张量,结合材料弹性常数和力学方程,可求出材料内固定点位的应力张量。

1.3.3 X 射线-中子散射测试岩石内应力的基本步骤

X 射线衍射在测定晶胞参数方面具有中子不可比拟的优势,但不能满足深度应力轮廓测试;中子衍射具有较强的穿透深度,且通过不同方向的布设,

能精确测量衍射峰的偏移量,但是中子散射的波长相对较长(表 1),其校准存在固有困难,也就是说,中子衍射在确定矿物晶格相对应应变方面具有突出的优势。表 1 总结了 X 射线、电子和中子等不同射线源在应变测量时主要参数的对比,可以发现,中子束的能量高,这就为深度方向上的定位扫描提供了可能,中子波长较长、衰减长度大和标准测试体积比 X 射线和电子衍射束大数个数量级,这也是中子衍射无损测试微区内应力的主要优势。然而在实际岩石材料中,晶格间距很大程度上受应变的影响, X 射线获得的晶胞参数往往是非零应力状态下的晶胞参数,这就给内应力绝对值的计算造成了很大困扰。岩石材料的弹性常数 (E, ν) 各向异性强烈,多与晶体取向有关,因此,应力常数 K_s 必须通过实验确定。式(10)和式(11)表明,在获得无应力状态下的衍射角 $2\theta_0$ 的前提下,应力常数 K_s 可以通过 $M - \sigma_{\text{applied}}$ 和 $2\theta_{\varphi 0} - \sigma_{\text{applied}}$ 的线性拟合计算。

为此,提出首先利用加热技术手段将岩石材料中的矿物应变释放,采用 X 射线衍射技术测量待测矿物的无应力状态衍射角 $2\theta_0$,结合中子散射开展岩石矿物衍射峰偏移量 Δd 的精确测量,实现岩石内应力的绝对值的精确刻画。上述方法突破了 X 射线仅能测量表面内应力的局限,结合中子散射测量可计算岩石内应力的绝对值,并可刻画岩石内应力的深度轮廓。X 射线测试仅需要少量同类样品,利用中子散射可实现岩石内应力的无损检测。

其基本步骤概括为以下 4 个步骤:(1)通过对样品的无应力状态处理,获得样品无应力条件下的晶格常数。对岩石内应力的测量,首先需确定特征矿物的晶体结构参数,无应力状态可以参考加热处理、循环加卸载进行处理(Sekine et al., 2009; 安欧, 2011),也可通过剥层法测试表层矿物的晶格间距变化规律,进而拟合无应力状态下的晶格常数;(2)

表 1 不同射线源在应变测量时的主要参数比较(据 Vogel et al. (2004); Withers (2004); Hutchings et al. (2005))

Table 1 Comparison of various properties important for diffraction strain measurement of electron, X-ray and neutron (After Vogel et al. (2004); Withers (2004); Hutchings et al. (2005))

能量	实验室 X 射线/keV			硬 X 射线/keV			电子/keV			中子/meV		
	6.40	8.04	17.4	35	80	250	100	200	500	1	10	100
相对质量	0.012	0.016	0.034	0.068	0.16	0.48	1.2	1.4	2.0	1839	1839	1839
波长/Å	1.94	1.54	0.71	0.35	0.15	0.05	0.037	0.025	0.014	9.0	2.9	0.9
波速/ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	3×10^8	3×10^8	3×10^8	3×10^8	3×10^8	3×10^8	1.65×10^8	2.1×10^8	2.6×10^8	437	1390	4370
温度(K) = E/kB	0.74×10^8	0.93×10^8	2×10^8	4.1×10^8	9.2×10^8	29×10^8	11×10^8	23×10^8	57×10^8	12	116	1160
衰减长度	18 μm	4 μm	34 μm	0.24 μm	2.18 μm	10.5 μm	~100 μm			~0.8 cm		
标准体积	$1 \times 5 \times 0.01 \text{ mm}^3$			$50 \times 50 \times 1000 \mu\text{m}^3$			$5 \times 5 \times 5 \text{ nm}^3$			$1 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$		

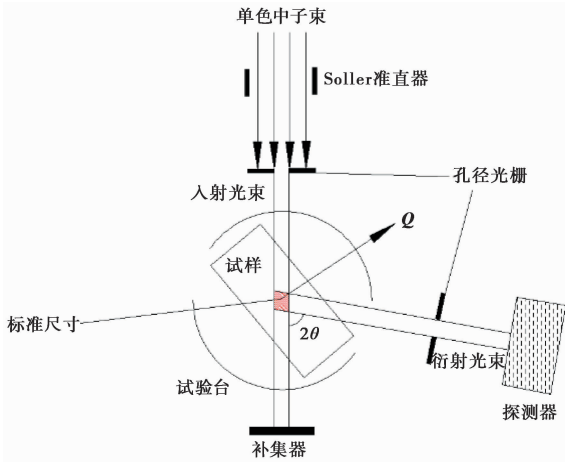


图7 单色中子束测量晶格应变的装置示意图(测量的应变 Q 方向上的晶格应变,红色线表示衍射的晶格面)

Fig. 7 Schematic illustrating the experimental arrangement for measurement of strains at a monochromatic neutron source

利用X射线衍射测试矿物晶体晶格常数。将无应力状态下的粉末衍射材料放置于X射线衍射仪的卡槽中,扫描样品并获取衍射原始数据;(3)完整试样的中子散射测试。将岩样放置于密封盒中,在中子衍射谱仪上开展单杆测试环境下的衍射扫描并获取衍射原始数据;(4)岩石内应力绝对值计算。通过步骤1和步骤2可获取矿物的衍射角 $2\theta_0$ 和无应力条件下矿物晶格间距的标定 d_0 ,通过步骤3获得完整试样中选定矿物的晶格间距 d_{meas} ,根据式(14)计算岩石矿物的绝对晶格应变 ε_{abs} 。

通过无应力状态处理,利用X射线衍射获取无应力状态下的衍射角 θ_0 ,结合中子散射获取的待测矿物衍射角 θ_{meas} ,则岩石矿物的绝对晶格应变 ε_{abs} 为:

$$\varepsilon_{\text{abs}} = \frac{d_{\text{meas}} - d_0}{d_0} = (\theta_{\text{meas}} - \theta_0) \times \cot \theta_0 \quad (14)$$

转动试验台(图7),调整中子束散射矢量方向 Q ,测量岩石材料待测点6个独立分量上对应的衍射角 θ_{meas} ,然后分别计算应变张量 $\varepsilon_{x-\text{abs}}$, $\varepsilon_{y-\text{abs}}$, $\varepsilon_{z-\text{abs}}$, $\tau_{xy-\text{abs}}$, $\tau_{xz-\text{abs}}$ 和 $\tau_{yz-\text{abs}}$ 。

开展样品的单轴压缩试验,获取不同外力条件下试样的衍射角 θ 与外力 σ_{applied} 的关系,根据式(11)和式(12),拟合矿物不同晶面 $2\theta - \sin^2 \Psi$ 斜率 M 随外力 σ_{applied} 的变化关系,利用斜率 M 和衍射角 θ 随外加应力 σ_{applied} 的关系,确定应力常数 K_s 。

结合X衍射-中子散射获取的矿物晶格间距的绝对应变 ε_{abs} 和利用单轴压缩试验得到的不同晶面的应力常数 K_s ,即可计算岩石矿物中内应力的绝对

值 σ_{abs} 。需要说明的是,X射线-中子散射测量岩石内应力是微观-细观尺度的内应力,宏观内应力的反演应重点考虑岩石矿物间的颗粒变形失配、塑性变形协调问题。

随着国内外实验室X射线源和中子源的建成和发展,例如国内的工程物理研究院、高能物理研究所以及国外的美国Oak Ridge和Los Alamos国家实验室,尤其是广州东莞中国散裂中子源的建成与正式开放(图8),为实施岩石应力的X射线-中子散射探测提供了前所未有的条件。因此可以推测,本文提出的X射线-中子散射探测岩石内应力的方法具有深入推广的前景。

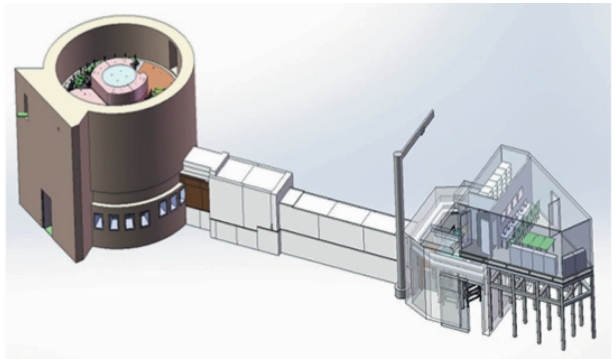


图8 中国散裂中子源通用粉末衍射谱仪GDDP(广东东莞, <https://user.csns.ihep.ac.cn/operating>)

Fig. 8 Neutron diffraction instruments in China spallation neutron source(Dongguan, <https://user.csns.ihep.ac.cn/operating>)

2 岩石内应力的X射线-中子散射关键技术

2.1 岩石矿物晶格间距 d_0 的X射线定龄

岩石矿物无应力条件的晶格间距 d_0 是计算内应力的绝对值的必要条件,不同矿物的无应力条件下的晶格间距不同,一般通过对比PDF卡片(The Powder Diffraction File)或通过实验确定。然而,组成岩石的矿物极为复杂,尤其经历应力历史的矿物的晶体参数发生变化,矿物的PDF信息的置信度不足。因此,针对岩石内应力的测试,本文提出通过对粉末试样加热处理(一般矿物晶格应变释放的温度临界值不超过 500°C),使矿物晶体的弹性应变完全释放,再通过X射线衍射测试矿物的衍射角 θ_0 ,即可得到矿物无应力条件下的晶格间距 d_0 。石英和方解石从岩石中取出后的退火曲线和应变释放率(安欧,2011)表面矿物的晶格间距随温度的变化趋

于定值,这也表明了加热处理是促进岩石内应力释放的有效手段。

2.2 中子散射偏移峰的拟合

中子衍射偏移峰的拟合是确定矿物晶格应变的关键技术。峰型拟合的基本原理是选择一个合适的峰型函数,如 Gaussian、Lorentzian、Pseudo-Voigt 函数等,给定合适的峰型参数(高度、位置、半高宽等)初始值,通过极小化目标函数求得各单个衍射峰的峰形参数。在峰拟合过程中使用适当的峰形状非常重要,特别是在宽度可能发生变化的情况下尤为重要,通常使用 Gaussian 或 Pseudo-Voigt 峰形(Vogel et al.,2004, 2006; Hutchings et al.,2005)。

在实际测量过程中,利用高斯函数拟合衍射数据和中子束波长即可得到衍射峰峰位值,但衍射数据的本底值则依赖于测试装置参数,因为本底斜率是随中子束衍射角或飞行时间变化的函数,所以本底应单独测定,然后在测试时扣除该数据。除此之外,在拟合衍射峰时需要注意衍射角范围内不同相衍射峰的叠加和畸变。

2.3 应力常数 K_s 的确定

岩石材料的弹性常数 (E, ν) 各向异性强烈,多与晶体取向有关,因此需要对每个晶格平面评估应力常数 K_s 。应力常数 K_s 表现出对每个样品的结构特征的依赖性,必须通过实验确定每个目标样品的唯一应力常数 K_s 。

根据式(10)和式(11),在获得无应力状态下的衍射角 $2\theta_0$ 后,可通过单轴压缩试验获得应力常数 K_s 。根据不同晶面 $2\theta - \sin^2\Psi$ 斜率随应力的变化,可以确定 $2\theta - \sin^2\Psi$ 的斜率 M ,利用斜率 M 和衍射角 θ_0 随外加应力的关系,可确定应力常数 K_s 。图 9 是变质岩表层石英脉不同晶面 $2\theta - \sin^2\Psi$ 斜率 M 随应力的变化(Sekine et al., 2009),可以发现,斜率 M 和外力 σ_{applied} 呈强烈的线性相关。通过计算,得出不同晶面的杨氏模量 E_x 范围为 64~115 GPa,泊松比 ν_x 范围为 0.29~0.59。在求得斜率 M 和应力常数 K_s 的基础上,结合式(8),可计算石英脉不同晶面的在不同方向上的相对内应力 σ_ϕ 。

3 结论与展望

岩石内应力的概念在 20 世纪 60~70 年代就被提出,并被认为是造成岩石工程灾害的重要原因之

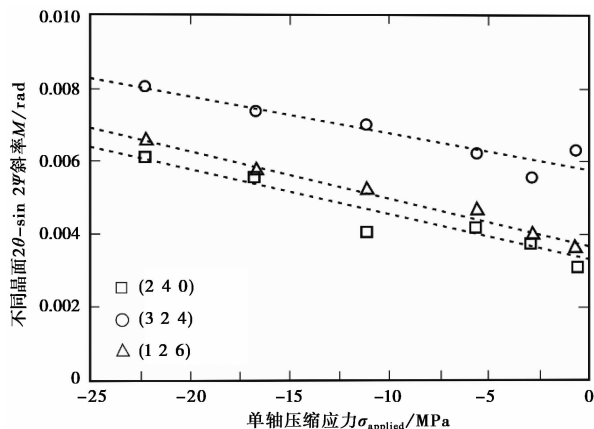


图 9 不同晶面 $2\theta - \sin^2\Psi$ 斜率随应力的变化(单轴压缩应力试验中压力为负)(据 Sekine et al.(2009))

Fig. 9 Variation of slope M of $2\theta - \sin^2\Psi$ plot as a function of applied compressive stress for the (2 4 0), (3 2 4), and (1 2 6) lattices. Stress constant is determined by the gradient of the fitted line(After Sekine et al.(2009))

一,也是深地资源和能源开发的重要约束。矿物晶格间距的动态变化是揭示岩石内应力演化的重要指示。在分析 X 射线和中子的技术优势和固有局限的基础上,提出了岩石内应力的 X 射线-中子散射测量方法,并分析了该方法的基本原理,提出了该方法的关键技术与研究前景。得出了如下结论:利用 X 射线在确定岩石矿物晶格参数的优势,结合加热处理技术,可实现岩石矿物无应力条件下晶格间距的定龄;采用中子散射技术可精确测量岩石矿物的衍射偏移峰,实现岩石内应力深度轮廓的精确刻画;结合 X 射线与中子的优势,可实现岩石内应力绝对值的精确测量。

然而,岩石内应力是不同矿物集合体变形差异性和接触摩擦约束的综合结果, X 射线衍射和中子射线衍射方法测量的都是“空间距离”视觉型感知参数,而工程应力是与变形距离相关的接触型感知参数,考虑岩石细观结构及其结构复杂成因下结构距离特征与内应力之间的关系如何确定是亟需解决的关键问题,进一步的研究可集中于岩石内应力积累、释放和长期存留的物质条件和物理力学机制,以及基于岩石内应力绝对值测量的古应力重建等方面。在岩石矿物内应力测试的基础上,未来的研究应重点考虑岩石不同矿物间的弹性失配、热力学不协调、塑性变形不协调等问题。

提出的技术手段有利于揭示岩石内应力的微观储存和释放过程,以及长期存留的物质条件和物理力学机制,并有望为岩石矿物结构和微观动力学研

究提供一种新的技术方案。

致 谢 文章在撰写过程中得到了中国散裂中子源邓司浩、陈洁副研究员,宾夕法尼亚州立大学张睿博士以及中国科学院地质与地球物理研究所祁生文研究员、郭静芸、孙一鸣、马世伟等老师和同学的指导和帮助,此表示诚挚的谢意。

参 考 文 献

- An O, Gao B, Li Z. 1991. Characteristics and mechanism of paleotectonic residual stress field [M] // Institute of Crustal Stress, State Seismological Administration. Collection of Papers on Crustal Structure and Crustal Stress. Beijing: Seismological Press: 28-33.
- An O. 2011. Crustal residual stress field[M]. Beijing: Seismological Press: 25-27.
- An O. 2014. Tectonic energy field[M]. Beijing: Seismological Press: 40-51.
- Barsanescu P, Carlescu P. 2009. Correction of errors introduced by hole eccentricity in residual stress measurement by the hole-drilling strain-gage method[J]. Measurement, 42: 474-477.
- Bemporad E, Brisotto M, Depero L E, et al. 2014. A critical comparison between XRD and FIB residual stress measurement techniques in thin films[J]. Thin Solid Films, 572: 224-31.
- Boulle A, Chartier A, Crocombette J P, et al. 2018. Strain and damage build-up in irradiated crystals: Coupling X-ray diffraction with numerical simulations[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 485: 143-150.
- Chen W C, Li L, Zhao L Y, et al. 2017. Modification of traditional Chinese ginger nut and its mechanical behavior[J]. Construction and Building Materials, 144: 138-146.
- Chen W C, Lü S P, Guo X H, et al. 2010. Unloading confining pressure for brittle rock and mechanism of rock burst[J]. Chinese Journal of Geotechnical Engineering, 32(6): 963-969.
- Chen W C, Wang S J, Afolagboye L O, et al. 2018. A novel design for storage of inner stress by colloidal processing on rock-like materials[J]. Journal of Geophysics and Engineering, 15(3): 1023-1031.
- Chen W C, Wang S J, Fu H R. 2018. Study advance on basic characteristics and formation causes of rock inner stress[J]. Journal of Engineering Geology, 26(1): 62-72.
- Daymond M R. 2006. Internal stresses in deformed crystalline aggregates, in Neutron Scattering in Earth Sciences[J]. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, 63(1): 427-458.
- Epp J. 2016. X-ray diffraction (XRD) techniques for materials characterization[J]. Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation(NDE)Methods, 81-124.
- Friedman M. 1967. Measurement of the state of residual elastic strain in Quartzose rocks by means of X-ray diffractometry[J]. Norelco Rep., 14(1): 7-9, 35.
- Friedman M. 1972. Residual elastic strain in rocks[J]. Tectonophysics, 15(4): 297-330.
- Frischbutter A D, Neov C, Scheffzuk M V, et al. 2000. Lattice strain measurements on sandstones under load using neutron diffraction[J]. Journal of Structural Geology, 22(11-12): 1587-1600.
- Gallagher J J. 1971. Photomechanical model studies relating to fracture and residual elastic strain in Granular aggregates[D]. Texas, USA: Texas A and M University: 127.
- He M C. 2011. Rockburst mechanism and its criterion // Academic department of Chinese Academy of Sciences, Mechanism of rockburst[M]. Beijing: China Science and Technology Press: 14-17.
- Hoger A. 1986. On the determination of residual stress in an elastic body[J]. Journal of Elasticity, 16: 303-324.
- Hutchings M T, Withers P J, Holden T M, et al. 2005. Introduction to the characterization of residual stress by neutron diffraction[M]. Boca Raton: CRC Press.
- Jiang C H, Yang C Z. 2013. Analysis of internal stress diffraction[M]. Beijing: Science Press.
- Li S D, Li X, Liu L N, et al. 2018. Radiography of the structural and functional imaging for geo-materials[J]. Journal of Engineering Geology, 26(1): 36-41.
- Liu X. 1994. Introduction to rock rheology[M]. Beijing: Geological Publishing House.
- Lutterotti L, Dell' Amore F, Angelucci D E, et al. 2016. Combined X-ray diffraction and fluorescence analysis in the cultural heritage field[J]. Microchemical Journal, 126: 423-430.
- Lü A Z, Jiao C M. 2004. Discussion of two elementary problems in rock mechanics[J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 23(23): 4095-4098.
- Meredith P G, K S Knight, S A Boon, et al. 2001. The microscopic origin of thermal cracking in rocks: An investigation by simultaneous time-of-flight neutron diffraction and acoustic emission monitoring[J]. Geophysical Research Letters, 28(10): 2105-2108.
- Noyan I C, J B Cohen. 1987. Residual stress measurement by diffraction and interpretation[M]. New York: Springer.
- Pintsochovius L, M Prem, Frischbutter A. 2000. High-precision neutron diffraction measurements for the determination of low-level residual stresses in a sandstone[J]. Journal of Structural Geology, 22: 1581-1585.
- Qian Q H, Qi C Z, Wang M Y. 2004. Rock dynamics under strong dynamic load [M] // Wang S J. Century Achievements of Rock Mechanics and Engineering in China. Nanjing: Hohai University Press: 304-323.
- Qian Q H, Zhou X P. 2013. Effect of incompatible deformation on failure mode and stress field of surrounding rock mass[J]. Chinese Journal of Geotechnical Engineering, 32(4): 649-656.
- Qian Q. 2011. Modeling analysis of rockburst mechanism and consideration of decisive parameters[M] // Mechanism of Rockburst. Beijing: China Science and Technology Press: 51.
- Santisteban J R, Edwards L, Fitzpatrick M E, et al. 2002. Engineering applications of Bragg-edge neutron transmission[J]. Applied Physics A Materials Science & Processing, 74: 1433-1436.
- Schofield P F, Convey-Crump S J, Stretton I C, et al. 2003. Using neutron

- diffraction measurements to characterize the mechanical properties of polymineralic rocks[J]. *Mineralogical Magazine*, 67(5): 967-987.
- Sebastiani M, Bemporad E, Carassiti F. 2011. On the influence of residual stress on nano-mechanical characterization of thin coatings[J]. *Journal of Nanotechnology*, 11: 8864-8872.
- Sekine K, Hayashi K. 2009. Residual stress measurements on a quartz vein: A constraint on paleostress magnitude[J]. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 114(B1): B01404.
- Swolfs H S. 1974. Field measurement of residual strain in granitic rock mass[C]// *Advances in Rock Mechanics, Proceeding of 3rd Congress of ISRM II*: 563-568.
- Vogel S C, Hartig C, Lutterotti L, et al. 2004. Texture measurements using the new neutron diffractometer HIPPO and their analysis using the Rietveld method[J]. *Powder Diffraction*, 19: 64-68.
- Vogel S C, Priesmeyer H G. 2006. Neutron production, neutron facilities and neutron instrumentation[J]. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 63: 27-57.
- Voight B. 1966. On photo elastic techniques in situ stress and strain measurement, and the field geologist[J]. *Geology*, 75: 46-58.
- Voight B. 1967. Restspannungen im Gestein[C]// *Proc. 1st Congr. Int. Sot. Rock Mech*, 2: 45-50.
- Wang H D, Zhu L N, Xing Z G. 2013. Surface residual stress detection technology[M]. Beijing: Science Press.
- Wang S J. 1984. Stability analysis of underground engineering rock mass[M]. Beijing: Science Press.
- Wei Z Y, Zang L H, Fan W, et al. 2006. Study of biological materials by neutron scattering[J]. *Nuclear Techniques*, 29(9): 713-720.
- Wenk H R, Kocks U F. 1987. The representation of orientation distribution[J]. *Metall Trans*, 18A: 1083-1092.
- Wieder T. 2000. On the strain-free lattice constants in residual stress evaluation by diffraction[J]. *Journal of Structural Geology*, 22: 1601-1607.
- Withers P J, Bhadeshia H K D H. 2001. Residual stress: I. Measurement techniques[J]. *Materials Science and Technology*, 17(4): 355-365.
- Withers P J. 2004. Depth capabilities of neutron and synchrotron diffraction strain measurement instruments. I The maximum feasible path length[J]. *Journal of Applied Crystallography*, 37: 596-606.
- Woracek R, Penumadu D, Nikolay Kardjilov, et al. 2011. Neutron Bragg-edge-imaging for strain mapping under in situ tensile loading[J]. *Journal of Applied Physics*, 109(9): 3506-093506.
- Woracek R, Santisteban J, Fedrigo A, et al. 2018. Diffraction in neutron imaging-A review[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 878: 141-158.
- Xie H P. 1996. Introduction to fractal rock mechanics[M]. Beijing: Science Press.
- Yue Z Q. 2012. A possible tensile force and energy source causing rock burst, pressure bump, mine earthquake, rock split, zonal disintegration and large deformation in rock excavations at deep undergrounds with high in-situ stresses[J]. *News Journal of China. Society of Rock Mechanics and Engineering*, 97(1): 83-89.
- Yue Z Q. 2013. Micro-gas hypothesis for behaviors of rocks under loading[M]// Yang Q, Zhang J M, Zheng H. *Constitutive Modeling of Geomaterials: Advances and New Applications*. New York: Springer: 381-386.
- Yue Z Q. 2014. Gas inclusions and their expansion power as foundation of rock "locked in" stress hypothesis[J]. *Journal of Engineering Geology*, 22(4): 739-756.
- Zhang L M, Wang Z Q, He J Z. 2007. Analysis of failure characteristics of rock under unloading conditions and their effects on rock burst[J]. *Journal of Xi'an University of Architecture and Technology (Natural Science Journal)*, 39(1): 110-114.
- Zhong Z Q. 1988. Preferred orientation in deformed rock[J]. *Geological Science and Technology Information*, 7(3): 21-30.
- 安欧, 高国宝, 李占元. 1991. 古构造残余应力场的性质和机制[M]. 国家地震局地壳应力研究所. 地壳构造与地壳应力文集(5). 北京: 地震出版社: 28-33.
- 安欧. 2011. 地壳残余应力场[M]. 北京: 地震出版社: 25-27.
- 安欧. 2014. 构造能量场[M]. 北京: 地震出版社: 40-51.
- 陈卫昌, 王思敬, 傅焕然. 2018. 岩石内应力的基本特征及研究进展[J]. *工程地质学报*, 26(1): 62-72.
- 陈卫忠, 吕森鹏, 郭小红, 等. 2010. 脆性岩石卸围压试验与岩爆机理研究[J]. *岩土工程学报*, 32(6): 963-969.
- 何满潮. 2011. 岩爆机理及其判别准则// 中国科学学会学术部, 岩爆机理探索[M]. 北京: 中国科学技术出版社: 14-17.
- 姜传海, 杨传铮. 2013. 内应力衍射分析[M]. 北京: 科学出版社.
- 李守定, 李晓, 刘丽楠, 等. 2018. 地质材料结构与功能射线成像方法与技术[J]. *工程地质学报*, 26(1): 36-41.
- 刘雄. 1994. 岩石流变学概论[M]. 北京: 地质出版社.
- 吕爱钟, 焦春茂. 2004. 岩石力学中两个基本问题的探讨[J]. *岩石力学与工程学报*, 23(23): 4095-4098.
- 钱七虎, 戚承志, 王明洋. 2004. 强动载作用下的岩石动力学// 王思敬. 中国岩石力学与工程世纪成就[M]. 南京: 河海大学出版社: 304-323.
- 钱七虎, 周小平. 2013. 岩体非协调变形对围岩中的应力和破坏的影响[J]. *岩石力学与工程学报*, 32(4): 649-656.
- 钱七虎. 2011. 岩爆机理的建模分析和决定性参数的思考[M]// 中国科协学会学术部. 岩爆机理探索[M]. 北京: 中国科学技术出版社: 51.
- 王海斗, 朱丽娜, 邢志国. 2013. 表面残余应力检测技术[M]. 北京: 科学出版社.
- 王思敬. 1984. 地下工程岩体稳定分析[M]. 北京: 科学出版社.
- 魏志勇, 臧黎慧, 范我, 等. 2006. 利用中子散射研究生物材料[J]. *核技术*, 29(9): 713-720.
- 谢和平. 1996. 分形-岩石力学导论[M]. 北京: 科学出版社.
- 岳中琦. 2014. 奠基岩石“封闭应力”假说的气体包裹体和膨胀能力[J]. *工程地质学报*, 22(4): 739-756.
- 张黎明, 王在泉, 贺俊征. 2007. 岩石卸荷破坏与岩爆效应[J]. *西安建筑科技大学学报(自然科学报)*, 39(1): 110-114.
- 钟增球. 1988. 变形岩石优选方位研究的进展[J]. *地质科技情*, 7(3): 21-30.