#### УДК 631.436.6

# ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРОЕНИЯ МЕРЗЛЫХ ПОЧВ И ДИСПЕРСНЫХ ПОРОД С ПОМОЩЬЮ РЕНТГЕНОВСКОЙ КОМПЬЮТЕРНОЙ ТОМОГРАФИИ: МЕТОДЫ, ПОДХОДЫ, ПЕРСПЕКТИВЫ

# © 2016 г. К. А. Романенко<sup>1</sup>, В.В.Рогов<sup>2,3</sup>, А. В. Юдина<sup>1,2</sup>, К. Н. Абросимов<sup>2</sup>, Е. Б. Скворцова<sup>1</sup>, А. Н. Курчатова<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Почвенный институт им. В.В. Докучаева, Россия, 119017, Москва, Пыжевский пер., 7, стр. 2 e-mail: <u>eskvora@mail.ru</u> <sup>2</sup>МГУ им. М.В. Ломоносова, Россия, 119991, Москва, Ленинские горы <sup>3</sup>Институт криосферы Земли СО РАН, 625000, Россия, Тюмень, ул. Малыгина, 86

Процессы неоднократного (циклического) промерзания-оттаивания вносят значительные изменения в строение почв и грунтов. Метод рентгеновской томографии позволяет исследовать ненарушенные образцы пород и почв в мерзлом состоянии. Благодаря различию в рентгеновской плотности предметами анализа в образцах помимо твердой фазы могут быть ледяные включения и поровое пространство. Это существенно расширяет возможности изучения криогенных деформаций пород и почв. В работе представлены результаты изучения динамики структуры почвы и ее порового пространства при многократном промерзании и оттаивании на примере почвенного материала различного генезиса в модельном эксперименте с помощью метода компьютерной рентгеновской микротомографии. Выработана и испытана методика исследования динамики структуры и порового пространства, проведен анализ строения почвы после различного количества циклов промерзания-оттаивания. На примере смеси каолина с песком экспериментально подтверждено, что с увеличением количества циклов промерзания-оттаивания в образце происходит кольцевидная сортировка песчаных частиц и их перемещение на контакты с ледяными шлирами. Установлено, что материал почв разного генезиса по-разному реагирует на многократное промерзание-оттаивание. В порядке убывания криогенных изменений в структуре объектов можно составить следующий ряд: текстурный горизонт дерново-подзолистой почвы > гумусовый горизонт чернозема типичного > солонцовый горизонт солонца.

*Ключевые слова*: сезонная мерзлота, микроморфология, минеральный скелет, лед, поры, агрегаты.

DOI: 10.19047/0136-1694-2016-83-103-117

#### ВВЕДЕНИЕ

Строению мерзлых грунтов и почв посвящены многочисленные работы мерзлотоведов (Шумский 1955; Коннова, 1957; Конищев, Фаустова, 1966; Конищев, Рогов 1977; Жесткова и др., 1980). В настоящее время установлено, что характер промерзания и результирующие структурные изменения рыхлых отложений зависят от степени дисперсности, минералогического состава, плотности, влагонасыщенности промерзающего субстрата, а также от условий и режима промерзания (Микростроение ..., 1988). Известно, что при промораживании суглинистых пород происходит изменение их структурных характеристик, в том числе размера и формы структурных отдельностей. Изменяются также объем, форма и ориентация порового пространства (Рогов, 2009). В почвенной толще промерзание суглинистого материала при условии высокой исходной влажности сопровождается формированием трещиновидных полостей, заполненных льдом, а также участков с повышенной плотностью внутрипедной массы (Качинский, 1927; Соколов, Шоба, 1982, Губин, 1993). В работах Алексея Андреевича Роде также обращалось внимание на влияние процессов промерзанияоттаивания на структурное состояние почвы (Роде, 1938).

Значительные изменения в составе и строении почв и грунтов вносит процесс неоднократного (циклического) промерзанияоттаивания. За более чем полвека изучения таких преобразований накоплен значительный объем данных. Следует отметить работы почвоведов по образованию специфических черт микростроения мерзлотных почв и покровных образований, а также работы грунтоведов и мерзлотоведов (Кошелева, 1958; Конищев и Рогов, 1977; Парфенова, Ярилова, 1977; Мазуров, Тихонова, 1964; Турсина, 1985; Губин, 1993; Жангуров и др., 2011; Пастухов, 2012). Однако весь материал в этих работах был получен при изучении препаратов (главным образом, шлифов) без льда, т.е. влияние промерзания, и, следовательно, льдообразование оценивалось по косвенным признакам (Губин, Лупачев, 2012). Не подвергая сомнению достижений предшественников, обратим внимание на возможность изучения криогенных процессов в почвах и грунтах на ненарушенных образцах в их мерзлом состоянии с использованием метода микротомографии.

Рентгеновская компьютерная томография представляет собой неразрушающий метод визуализации и анализа внутренней структуры образцов с использованием рентгеновского излучения. Авторами метода являются американский физик А. Кормак и английский инженер-физик Г. Хаунсфилд, удостоенные в 1972 г. за эту разработку Нобелевской премии. Первоначально томографы применялись в медицинских целях. Затем, после появления приборов с большим разрешением (микротомографов), компьютерная томография стала использоваться для решения физических, химических, биологических и геологических задач.

Появление томографов расширило возможности изучения мерзлых пород и почв (<u>Taina et al., 2008, 2013; Torrance, 2008</u>). В то же время последние литературные обзоры показали, что томографические исследования процессов промерзания–оттаивания почв остаются весьма редкими.

Цель работы – представление первых результатов компьютерного исследования криогенных элементов строения насыпных образцов почв и пород при однократном и многократном промерзании и оттаивании.

Задачи исследования: выяснить возможности и выработать методику микротомографического исследования почв и грунтов в условиях однократного и цикличного промерзания–оттаивания; выявить закономерности изменения микростуктуры и порового пространства насыпных образцов почв и грунтов в условия промерзания–оттаивания.

### ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ

В качестве объектов исследования выбран материал генетических горизонтов различных суглинистых почв европейской территории России. Исследовали текстурный гор. ВТ целинной дерново-подзолистой почвы под ельниками Московской области (Зеленоградский опорный пункт Почвенного института им. В.В. Докучаева), гумусовый гор. АU целинного чернозема типичного (Стрелецкая степь Центрально-черноземного заповедника), солонцовый гор. BSN целинного солонца под разреженной полынной растительностью Джаныбекского стационара Института лесоведения РАН. Гранулометрический состав исследованных почв приведен в таблице. Также исследована модельная смесь из каолинита (90%) и песка (10%).

Подготовку образцов осуществляли следующим образом: образцы почвы протирали пестиком с резиновым наконечником и пропускали через сито 250 мкм. Так как работа ориентирована на изучение микроструктуры почв, решено было выбрать масштаб микроагрегатного порядка. Почву растирали для того, чтобы нивелировать различия в макроорганизации почвенной массы. Далее пропущенные через сито образцы засыпали в пластиковые цилиндры высотой 12 мм и внутренним диаметром 8 мм, после чего капиллярно насыщали водой на ленте из фильтровальной бумаги с опущенными в воду концами. После насыщения почвы водой пластиковые цилиндры закрывали резиновой пробкой и помещали в пенопластовый штатив (рис. 1). Пенопластовый штатив служил термоизолятором и предотвращал латеральное промерзание, позволяя изучать непосредственно фронтальные процессы. Фазы промерзания и оттаивания проводили циклически с помощью климатической камеры Espec SH-241. Каждый цикл состоял из фазы промерзания (10 ч при температуре -20°С) и фазы оттаивания (10 ч при температуре +20°С). Переход температуры с +20 до -20°С и обратно осуществляли равномерно в течение 2 ч. Сканирование мерзлых образцов производили в компьютерном микротомографе Bruker SkyScan 1172 с использованием терморегуляционного модульного столика, осуществляющего охлаждение и нагрев при помощи элементов Пельтье. С помощью данного столика в течение всего микротомографического сканирования в образце поддерживали температуру -15°C. Разрешение съемки 2.5 мкм/пк. Гранулометрический состав почвенных образцов определяли методом лазерной дифракции на приборе Analysette 22 comfort (Fritsch, Германия). Диспергацию образцов проводили с помощью ультразвуковой обработки на приборе Digital Sonifir 250 (Branson Ultrasonics, США) при заданной мощности (40%) в течение 5 мин (Милановский и др., 2011).

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Основной проблемой любых микроскопических исследований является диагностика получаемых изображений и соответст-

Содержание	гранулометрических	фракций	В	исследованных	образцах						
(данные получены на лазерном дифрактометре "Analysette 22 comfort")											

Почва	Гори-	Содер	жание	Co-	Градация				
	30нт,	(мкм)						дер-	Н.А. Ка-
	глубина,	пес	юк	пыль			ИЛ	жание	чинскому
	СМ	сред-	мел-	кру-	сред-	мел		физи-	
		ний,	кий	пная	няя	кий		ческо	
		круп-						Й	
		ный						гли-	
								ны, %	
		1000-	250-	50-	10–5	5-1	<1	<10	
		250	50	10					
Дерново-	BT, 50–	0.01	1.59	52.51	17.06	22.92	5.91	45.89	Суглинок
подзоли-	60								тяжелый
стая									
Чернозем	A1, 10–	0.00	2.74	41.04	17.84	33.27	5.11	56.22	Суглинок
типичный	15								тяжелый
Солонец	BSN, 8–	0.82	24.56	29.98	12.41	24.56	7.46	44.64	Глина
	15								легкая



Рис. 1. Пенопластовый штатив с образцами.

вие составляющих реальных деталей объекта и деталей на изображении. Для компьютерных томографов эта проблема состоит в различии плотностей деталей объекта по отношению к рентгеновским лучам и, соответственно, в отображении этих плотностей на экране компьютера. В первых томографических исследованиях мерзлых пород (Давлетшина и др., 2014) считалось, что лед и пустоты в образцах весьма сходны по рентгеновской плотности и поэтому плохо различаются на томограммах. Для решения такой проблемы этими авторами применялось насыщение льда тяжелыми изотопами. Однако для изучения натурных образцов почв и мерзлых грунтов это весьма проблематично, поэтому в данной статье мы пошли по пути улучшения качества изображения исследуемых образцов.

Проблема оптического разделения ледяных и газовых включений изучалась на примере промороженных образцов кварца фракции 0.1–0.25 мм с неполным (W = 15%) и полным заполнением пор водой. Как видно на рис. 2А в образцах с неполным влагонасыщением пространство между частицами скелета (светлый фон) занято льдом (серый фон) и пустотами (черный фон). Пространство, занятое льдом и пустотами можно также различить по морфологии – смачивание частиц водой приводит к тому, что лед занимает все контакты между частицами ("манжеты"), пустоты за счет поверхностного натяжения имеют округлую форму.

Следует отметить, что анализ строения контакта пустот со льдом в томографе хорошо показывает наличие в порах игольчатого льда-цемента (рис. 2Б), который обычными методами почти не определяется в силу своей неустойчивости (быстро тает при любом способе раскрытия поверхности). Этот лед образуется за счет аблимации водяного пара, в малольдистых грунтах может быть превалирующим по сравнению с другими типами льдацемента (Жесткова и др., 1980; Рогов 2009).

Эффективным оказалось использование микротомографа для изучения криогенных текстур. Так, в образце суглинка легко диагностируются шлиры льда, образующего слоисто-линзовидную текстуру. При этом возможности томографа позволяют рассмотреть криогенную текстуру в любой плоскости, в том числе и горизонтальной, параллельной фронту промерзания (рис. 3). Изучение криогенной текстуры в таком ракурсе еще не вошло в арсенал мерзлотоведов, но, вероятно, имеет свои перспективы.



**Рис. 2.** Микростроение образцов кварца с неполным заполнением пор льдом: А – черная пустота округлой формы; Б – игольчатый лед-цемент.



**Рис. 3.** Криогенные текстуры в образце суглинка: А – в вертикальный срез (ширина изображения 5 мм), Б – горизонтальный срез (ширина изображения 10 мм).

Для изучения динамики строения пород и почв при цикличном промерзания—оттаивании подготовленные, как было указано в разделе объекты и методы, образцы сканировали на микротомографе в мерзлом состоянии после первого промерзания, а также после пяти-, десяти- и двадцатикратных циклов промерзания. В конце эксперимента полученная информация анализировалась, для выявления преобразований микростроения.

В качестве простой модели грунта с присутствием грубой и глинистой фракции выбрана смесь каолинита (90%) с песком (10%). Анализ такой модели показал, что в результате промерзания–оттаивания в образце происходит перемещение частиц на контакты с ледяными шлирами и кольцевидная сортировка частиц. Кроме того, отмечается миграция влаги к фронту промерзания, усадка грунта в зоне обезвоживания и образование линз льда под частицами песка, приводящее к передвижению последних в сторону поверхности промерзания (рис. 4). Подобные явления ранее отмечались для мерзлотных почв и покровных образований (Турсина, 1985; Конищев, Фаустова, 1966; Конищев, Рогов, 1977) и теперь имеют теперь экспериментальное подтверждение.

В экспериментах с насыпными образцами почв изменения микростроения не столь просты и схематичны, но тоже имели место. Так, в гумусовом горизонте чернозема (рис. 5) после одного промерзания структура изменилась не сильно, нет больших трещин, видны агрегаты размером 200 × 250 и 130 × 170 мкм в поперечнике, которые отделены от общей массы трещинами толщиной 20-30 мкм на 40-60% периметра, трещинная сеть не имеет четких границ. Появились поры округлой формы с нечеткими краями диаметром 120-250 мкм, заполненные льдом, вмещающим в себя почвенный материал. По мере увеличения числа циклов промерзанияоттаивания увеличивается густота трещин по краям образца, что сопровождается формированием плиток в этой зоне, увеличиваются трещины в глубине почвенной массы. Уменьшилось количество крупных агрегатов, увеличилась степень их отделенности от общей массы трещинами. К 20-и циклам промерзания-оттаивания начинают формироваться крупные поры в центре образца.

В образце из гор. ВТ дерново-подзолистой почвы первое промерзание также изменило характер структуры (рис. 6Б). Изначально агрегированная масса диспергировалась и переструктурировалась в плитчатые отдельности, но сохранились отдельные округлые и овальные агрегаты размерами 150–200 мкм в поперечнике, размер которых в ходе эксперимента уменьшался. По ходу эксперимента плитчатые отдельности становились плотнее, а их края – более четкими. Толщина плиток составляла 60–90 мкм, трещин между ними 20–40 мкм. Плитки формировались в основном у фронта промерзания и по краям образца (видимо, сработал



**Рис. 4.** Вертикальный срез через микротомографическое изображение модельной смеси 90% каолинита и 10% песка в мерзлом состоянии после однократного промерзания; ширина среза 8 мм; ледяные включения черные, песчаные зерна – светло-серые.

краевой эффект промерзания образца цилиндрической формы). Появившиеся крупные поры имели нечеткие контуры и содержали внутри тонкодисперсный материал. В образце после 20 циклов промерзания мощность ледяных шлиров увеличилась, особенно в центральной части; поры приобрели более четкие контуры, было заметно вымораживание частиц песка внутрь пор.

В образце солонцовой почвы в ходе некольких циклов промерзания-оттаивания значительные морфологические изменения не выявлены. Сохранились агрегаты 200–250 мкм в поперечнике, трещины, заполненные льдом, образовались в очень малом количестве в основном в массе мелкодисперсного материала, который находится в пространстве между микроагрегатами размера 200–250 мкм. Устойчивость агрегатов к воздействию фазовых переходов воды, видимо, связана с засоленностью образца и формированием материала в условиях засушливого климата.



**Рис. 5.** Микростроение гумусового горизонта чернозема: А – до промерзания, Б – после первого промерзания, В – после 10 циклов промерзания, Г – после 20 циклов промерзания (горизонтальные срезы, ширина каждого изображения 5 мм).



**Рис. 6.** Микростроение дерново-подзолистой почвы, текстурный гор. ВТ: А – до промерзания, Б – после первого промерзания, В – после 10 циклов промерзания, Г – после 20 циклов промерзания (горизонтальные срезы, ширина каждого изображения 5 мм).



**Рис.** 7. Микростроение солонца: А – до промерзания, Б – после первого промерзания, В – после 10 циклов промерзания, Г – после 20 циклов промерзания (горизонтальные срезы, ширина каждого изображения 5 мм).

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Компьютерная микротомография – эффективный методом исследования микростроения объектов в разных состояниях, в том числе влажных и мерзлых. Ее главными достоинствами являются возможность исследования образца без механического вмешательства и тем самым без нарушения структуры и свойств объектов. Такими объектами могут быть снег, фирн, мерзлые почвы и дисперсные отложения. Кроме этого, томографический метод дает возможность наблюдения различных криогенных процессов во времени. С помощью метода томографии можно различить лед, воздух и твердофазную матрицу и отследить, как меняется их конфигурация в ходе различных процессов, в том числе при образовании льда и ледяных шлиров в промерзающей почве и грунтах, при взаимодействии льда со структурными элементами твердой матрицы.

Опыты с насыпными образцами почв показали, что почвенный материал разного генезиса различно откликается на воздействие в виде многократного промерзания–оттаивания. Изменения строения образца за счет многократного перехода влаги из жидкого состояния в твердое накладывается на изначальный характер строения насыпного образца. По силе отклика объектов на температурное воздействие можно выделить ряд в порядке убывания изменений в структуре: текстурный горизонт дерново-подзолистой почвы > гумусовый горизонт чернозема типичного > солонцовый горизонт солонца.

Благодарность. Исследования проведены при финансовой поддержке РНФ (проект № 14-16-00065), РФФИ (проект № 16-04-00949) и Президиума РАН (грант на проведение фундаментальных научных исследований в 2016 г.).

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Губин С.В.* Динамика структурообразования в тундровых криогенных неглеевых почвах (Тундровые криоземы) // Почвоведение. 1993. № 10. С. 62–70.

2. Губин С.В., Лупачев А.В. <u>Подходы к выделению и изучению погребенных почв в мерзлых толщах отложений ледового комплекса</u> // Криосфера Земли. 2012. Т. XVI. № 2. С. 79–84.

3. Давлетшина Д.А., Чувилин Е.М., Якимчук И.В., Надеев А.Н. Применение рентгеновской микротомографии для исследования микроморфоло-

гии мерзлых пород // <u>Тр. III Всерос. конф. "Практическая микротомография"</u>. СПб., 2014. С. 45–49.

4. Жангуров Е.В., Лебедева (Верба) М.П., Забоева И.В. <u>Микростроение</u> <u>генетических горизонтов автоморфных таежных почв Тимана</u> // Почвоведение. 2011. № 3. С. 288–299.

5. Жесткова Т.Н., Заболотская М.И., Рогов В.В. Криогенное строение мерзлых пород. М.: Изд-во Моск. ун-та, 1980. 137 с.

6. *Качинский Н.А.* Замерзание, размерзание и влажность почвы в зимний сезон в лесу и на полевых участках. М., 1927. 168 с.

7. Конищев В.Н., Фаустова М.А. Микростроение покровных лессовидных образований Большеземельской тундры // Геология кайнозоя севера европейской части СССР. М.: Изд-во Моск. ун-та, 1966. С. 167–177.

8. Конищев В.Н., Рогов В.В. Микроморфология криогенных почв и грунтов // Почвоведение. 1977. № 2. С. 119–125.

9. Коннова О.С. Некоторые результаты исследования строения мерзлых пород // Мат-лы по лаборат. исслед. мерзлых пород. 1957. Вып. 3. С. 195–226.

10. Кошелева И.Т. Микроморфология тундровых почвогрунтов как возможный индикатор их генезиса // Изв. АН СССР. Сер. Географическая. 1958. № 3. С. 25–30.

11. *Мазуров Г.П., Тихонова Е.С.* Преобразование состава и свойств грунтов при много кратном замораживании // Вестник Ленингр. ун-та, Сер. Геол. и геогр. 1964. № 18. Вып. 3. С. 35–44.

12. Микростроение мерзлых пород / Под ред. Ершова Э.Д. М.: Изд-во Моск. ун-та, 1988. 183 с.

13. Милановский Е.Ю., Хайдапова Д.Д., Поздняков А.И., Тюгай З.Н., Початкова Т.Н., Черноморченко Н.И., Манучаров А.С. <u>Практикум по физи-</u> ке твердой фазы почв. М.: Гриф и К, 2011. 64 с.

14. Парфенова Е.И., Ярилова Е.А. Руководство к микроморфологическим исследованиям в почвоведении. М.: Наука, 1977. 198 с.

15. Пастухов А.В. <u>Микроморфологическое строение мерзлотных и дли-</u> тельно сезонно-промерзающих суглинистых почв Европейского северовостока // Изв. Коми НЦ УРО РАН. 2012. № 4(12). С. 30–37.

16. Рогов В.В. Основы криогенеза. Новосибирск: ГЕО, 2009. 203 с.

17. *Роде А.А.* Дисперсность твердой массы почвы, химический и минералогический состав ее и отдельных ее компонентов // Почвоведение. 1938. № 2. С. 181–230.

18. Соколов Л.А., Шоба С.А. Влияние промерзания и оттаивания на свойства почв в зонах рекреационных нагрузок // Науч. докл. Высшей школы. Биологические науки. 1982. № 7. С. 104–110.

19. *Турсина Т.В.* Микроморфологическая диагностика криогенных признаков в почвах // Тез. докл. IV Всес. конф. Сыктывкар, 1985. С. 32–33.

20. Шумский П.А. Основы структурного ледоведения. М.: Изд-во АН СССР, 1955. 491 с.

21. *Taina I.A., Heck R.J., Elliot T.R.* <u>Application of X-ray computed tomography to soil science: a literature review</u> // Canadian J. Soil Sci. 2008. V. 88. P. 1–19.

22. *Taina I.A., Heck R.J., Deen W., Ma Eddie Y.T.* Quantification of freeze – thaw related structure in cultivated topsoils using X-ray computer tomography // Canadian J. Soil Sci. 2013. V. 93(4). P. 533–553. doi: 0.4141/cjss2012-044 23. *Torrance J.K., Elliot T., Martin R., Heck R.J.* X-ray computed tomography of frozen soil // Cold Reg. Sci. Tech. 2008. V. 53(1). P. 75–82.

## FROZEN SOILS AND SEDIMENTS MICROSTRUCTURE X-RAY TOMOGRAPHY STUDY: METHODS, APPROACHES, PERSPECTIVES

K. A. Romanenko<sup>1</sup>, V. V. Rogov<sup>2,3</sup>, A. V. Yudina<sup>1,2</sup>, K. N. Abrosimov<sup>1</sup>, E. B. Skvortsova<sup>1</sup>, A. N. Kurchatova<sup>3</sup>

<sup>1</sup>V.V. Dokuchaev Soil Science Institute, Russia, 119017, Moscow, Pyzhevskii 7, bld. 2

<sup>2</sup>Lomonosov Moscow State University, Russia, 119991, Moscow, Leninskiye Gory, 1

<sup>3</sup>Earth cryosphere institute, Russia, 625000, Tyumen, Malygin, 86

Processes of cyclic freezing and thawing make considerable contribution to configuration of soils and rocks. X-ray tomography method allows us to research undisturbed soil samples in frozen condition. Because of difference in x-ray attenuation coefficient we can separately study mineral matrix, ice inclusions and pore space. This fact essentially increases opportunities for investigations of soil and rock cryogen deformations. In this paper we present the results of model experiment with bulk soil samples of different genesis investigated by a method of X-ray tomography. This experiment revealed the specificities of the soil structure and its pore space dynamics in conditions of freezing and thawing cycle. We developed a research scheme for structure and pore space dynamics, and studied the soil structure and pore space dynamics after different number of cycles of freezing and thawing. Example of kaolin and sand mixture shows the ring-shaped sorting of sand particles and their movement to ice schlieren surface. We postulated that the matter of soil of different genesis has different reaction on freezing and thawing impact. The rank from major to minor cryogenic changes in soil material: Albiluvisol - Chernozem -Solonetz.

*Keywords:* season congelation, frozen soil, micromorphology, microstructure, mineral matrix, ice, pore, aggregates, x-ray microtomography.