

УДК 631.425.4

## ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ СМОЛ НА НАНО- И МИКРОСТРУКТУРУ ПОЧВЫ

© 2024 г. Р. Э. Мусаэлян<sup>а, \*</sup>, К. Н. Абросимов<sup>а</sup>, К. А. Романенко<sup>а</sup>

<sup>а</sup>Почвенный институт им. В.В. Докучаева, Пыжевский пер., 7, Москва, 119017 Россия

\*e-mail: romanero1@gmail.com

Поступила в редакцию 28.09.2023 г.

После доработки 18.01.2024 г.

Принята к публикации 18.01.2024 г.

Применение синтетических и натуральных смол при закреплении органо-минерального вещества для дальнейших исследований встречается повсеместно, например, при микроморфологическом исследовании почв, так как процедура изготовления шлифов включает в себя пропитывание образца заполнителями. При этом до сегодняшнего дня не было известно об их воздействии на почвенную структуру. В статье впервые поставлен эксперимент по изучению влияния синтетических и натуральных смол на нано- и микроструктуру почвы при пропитывании. С использованием методов малоуглового рентгеновского рассеяния и компьютерной томографии получены первые данные о характеристиках часто применяемых в лабораториях смол, а также об их воздействии на структуру почвенных образцов. Выявлена рентгеновская “прозрачность” материалов-закрепителей. Последующая пропитка ими фракции горизонта AU чернозема типичного Курской области (Haplic Chernozems) позволила установить влияние закрепителя на изменение размера наноструктурных неоднородностей почвы. Эксперимент с разными горизонтами солонца каштанового мелкого каштановой солонцеватой почвы (ProtosalicSolonetz) позволил установить увеличение размера нанонеоднородностей с глубиной в тренде нативной почвы по отношению к тренду пропитанной. На микроуровне доказано уменьшение микропористости в пределах первых процентов после полимеризации закрепителя. В результате исследований нанонеоднородностей в почве экспериментально подобраны параметры съемки на станции БиоМУР Курчатовского источника синхротронного излучения. Наноструктура почвенных монолитов и отдельных фракций на этой станции исследованы впервые. Приведенные результаты могут быть использованы при пробоподготовке и дальнейшем анализе органо-минеральных объектов (почва, порода, грунт) для ряда исследований, требующих закрепления структуры вещества на разных размерных уровнях.

*Ключевые слова:* компьютерная томография, малоугловое рентгеновское рассеяние, эпоксидная смола, канадский бальзам, микроскопия, микроморфология, шлифы

DOI: 10.31857/S0032180X24060049 , EDN: YBYFHU

### ВВЕДЕНИЕ

Идеальным с точки зрения дальнейшего анализа вещества считается объект ненарушенного строения. Это требование является основным, когда применяются методы, построенные на диагностике в планарном и объемном измерениях. Такие способы изучения вещества, как оптическая и электронная микроскопия (СЭМ), компьютерная томография (КТ), энергодисперсионная спектроскопия, помогают установить взаимоотношение и распределение минеральных и биогенных компонентов на разных структурных уровнях. Характеристика

порового пространства и его свойств в полной мере может быть получена только объемным методом, таким как КТ. Технически томография не способна дать информацию о составе вещества, некоторых вторичных изменениях и текстурных особенностях слоев при их близких коэффициентах рентгеновской плотности. Решением является использование методов оптической микроскопии. Но, если при КТ исследованиях образец не обязательно должен иметь специфическую пробоподготовку, то в случае с шлифом требуется цементация образца отвердителями. Подобная практика нередко применяется и при пробоподготовке к другим

анализам, если появляются требования к сохранности первичной структуры почвы [2, 6, 8].

Таким образом, насыщенная закрепителем почва будет иметь стабильную в структурном отношении организацию. Но приносит ли закрепитель изменения в ее естественную структуру и в какой степени? Авторам неизвестны работы по влиянию синтетических и натуральных смол на поровое пространство почвы при изготовлении шлифов на нано- и микроуровне.

Цель исследования – изучение влияния синтетических и натуральных закрепителей почвенной массы на ее нано- и микроструктуру при пропитывании.

Сложность заключается в том, что сравнить данные пропитанного и нативного образцов при микроскопических исследованиях невозможно, так как образцы для оптической микроскопии не могут существовать без предварительной обработки, а именно закрепления их структуры смолами. Как следствие, приходится использовать ряд дополнительных измерений и далее экстраполировать их результат на шлифы. Чтобы охватить все размерности [21] порового пространства, возможно задействовать методы для каждого диапазона размерностей, а именно: малоугловое рентгеновское рассеяние (МУРР) и КТ.

МУРР обладает разрешением в диапазоне от  $10^0$  до  $10^3$  нм, иногда до нескольких микрон. Одним из главных преимуществ метода является отсутствие специальной подготовки образцов. Благодаря этому МУРР позволяет изучать нанообъекты различной физической природы и агрегатного состояния, такие как породы с субмикронной пористостью, угли и др. [14, 16, 32, 36, 38, 45]. Методом МУРР неоднородности в различных структурных элементах почвы исследованы в недостаточной мере [20, 27, 28, 41]. В частности, это касается МУРР, полученного на источнике синхротронного излучения.

КТ-исследования имеют разрешение от первых микрон до десятков миллиметров. В литературе встречаются попытки соотнесения данных КТ с данными оптической микроскопии шлифов, но этот подход не считается распространенным на сегодняшний день [15, 29]. Применительно к почвенным объектам корреляция этих методов встречается редко [17, 27]. Главными сложностями считаются определение границы объемной единицы (вокселя), которая характеризуется градиентом рентгеновской плотности двух сред, а также правильное позиционирование образца для последующего соотнесения с изображением шлифа. Тем не менее некоторые авторы [15] рекомендуют параллельно использовать методы КТ и микроскопического анализа шлифов, так как это позволяет получать полные данные о структуре вещества. Авторы [15] подчеркивают, что деформация почвенного

монолита во время изготовления шлифа может существенно изменить действительную организацию почвенной массы. Информация по воздействию заполнителя, способного зафиксировать структуру образца, на почвенную массу не входила в результаты исследования ранее опубликованных статей.

Практика применения методов, способных визуально продемонстрировать организацию почвенной массы, более чем распространена. Традиционно при отборе или пробоподготовке почвенного монолита для КТ анализа применяются закрепители, способные сохранить структуру в первозданном виде, а для изготовления шлифа эта процедура является обязательной. Вместе с тем, до настоящего времени влияние закрепителей на структуру почвы не изучалось. Этот пробел в фундаментальных знаниях может привести к неверной оценке многих физических свойств и функций почв, связанных с поровым пространством, что в свою очередь негативно скажется на дальнейшем построении, например, гидродинамических моделей почвы. Эксперимент, описанный в статье, позволит установить влияние синтетических и природных смол на изменение структуры организации почвенного вещества. Отметим, что при микроморфологических исследованиях влияние со стороны смолы может отрицательно сказаться на интерпретации морфометрических показателей вещества, а также на количественном анализе программным обеспечением [35].

## ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ

Объект представлен двумя материалами: почвенным материалом агрегатов и микромонолитов из разных генетических горизонтов почв (табл. 1) и различными закрепителями.

**Образцы почвы** готовили к экспериментам двумя способами: 1) для МУРР-исследований – высушивали до воздушно-сухого состояния и растирали резиновым пестиком, после просеивали через сито 0.25 мм; 2) для КТ вырезали микромонолиты, которые затем высушивали до воздушно-сухого состояния. Разрез чернозема находится на территории Стрелецкой степи Центрально-Черноземного биосферного заповедника Курской области (51°34'16.7" N, 36°05'40.5" E, 190 над ур. м.). Объект изучен в работе других авторов [19].

Для более аридных условий изучались образцы почв солонцовых комплексов. Они расположены между III и IV лентами гослесополосы Чапаевск–Владимировка на территории Джаныбекского стационара Института лесоведения РАН (49°23'13" N, 46°47'25" E). Объект был изучен в работе [7].

**Образцы закрепителей.** Для экспериментов выбрали закрепители, которые в настоящее время наиболее широко используются при изготовлении

**Таблица 1.** Классификационное положение почв, выбранных в качестве объектов изучения методами МУРР и КТ

	Чернозем		р. 1-22МПЛ		р. 2-22МПЛ		р. 4-22МПЛ	
Классификация почв СССР (1977)	чернозем типичный		солонец каштановый мелкий*		солонец каштановый корковый		лугово-каштановая солончаковатая	
Классификация и диагностика почв России (2004)	чернозем мицелярный		солонец светлый мелкий		солонец светлый корковый		светлогумусовая глинисто-иллювиальная квазиглееватая	
WRB	Haplic Chernozem		Protosalic Solonetz		Salic Gypsic Solonetz		Gleyic Luvic Kastanozem	
Горизонт**	AU	0–15	SEL	0–6	SEL	0–3	AJ	6–36
			BSN	6–20	BSN	3–15	Blq,	36–68
			BSNca	20–30			BCA	68–92
			BCA	30–70				
			BC	70–130				

\* Солонец остепняющийся по Роде и Польскому [12].

\*\* Горизонты, исследованные в работе. Индексация горизонтов проводилась по Классификации и диагностике почв России [4] с учетом последних внесенных в нее изменений [13, 14] и Полевому определителю почв России [10]. Цифрами отмечены глубины горизонтов в сантиметрах.

шлифов, аншлифов, монолитов для исследований методом КТ, СЭМ и т.д., в том числе в Почвенном институте имени В.В. Докучаева. В исследовании применяли следующие закрепители: Eliaqua Plus +, P&G Epoxy L + Hardener L, Allied EpoxySet, Акерох 1005, Spolchemie CHS-Ероху 520 + DEM 445, Diamant Premier E-1016, BrotLab Hill Colle HQ, канадский бальзам (смола канадской пихты). Их основные характеристики, учитывающие при пропитке образцов почвы, указаны в табл. 2.

**МУРР-съёмка.** Измерения методом МУРР проводили с использованием программы автоматизированного управления на линии малоуглового рентгеновского рассеяния БиоМУР Курчатовского источника синхротронного излучения (Москва, Россия). Линия БиоМУР имеет следующие основные характеристики: 1) источник: поворотный магнит 1.7 Т @ синхротрон 2.5 ГэВ,  $E_c = 7.1$  кэВ; 2) монохроматор: Треугольный кристалл Si(111), максимальная апертура белого пучка  $4 \times 10$  мм, асимметричный срез  $7^\circ$ , изгиб для горизонтальной фокусировки; 3) энергия рентгеновского излучения: 8.5 кэВ ( $\lambda = 0.1445$  нм); 4) энергетическая полоса пропускания ( $\Delta E/E$ ):  $5 \times 10^{-3}$ ; 5) зеркало: одинарное, с родиевым покрытием, длина 1000 мм, изгиб для вертикальной фокусировки; 6) поток фотонов на образец:  $\sim 10^9$  ф/с @ 100 мА; 7) размер пучка на образце:  $500 \times 350$  мкм; 8) измеряемый диапазон  $q$ : 0.03–30 нм $^{-1}$ ; 9) детектор: 2D, Dectris Pilatus3 1M,  $1043 \times 981$  пикселей,

динамический диапазон 20 бит, 500 Гц. Более полные характеристики станции БиоМУР можно найти в работах [33, 34].

Исследования производили в три этапа. На первом производили съёмку и анализ образцов заполнителей после отверждения в виде тонких пластинок толщиной 0.03–0.05 мм и диаметром 20 мм. Эти параметры образцов были выбраны для удобства дальнейшего сравнения с материалами шлифов, имеющих сопоставимую толщину. Отверждение смол проводили в соответствии с рекомендациями производителя.

На втором этапе использовали выборку смол из первого эксперимента, а также материал почвы. Растертые и просеянные образцы засыпали в кварцевые капилляры (Capillary Tube Supplies Ltd) с толщиной стенки 0.1 мм, внешним диаметром 1.5 мм и длиной 80 мм. После заполнения капилляра образцом на всю высоту, капилляр полностью пропитывали закрепителем и дожидались цементации. На третьем этапе также была произведена заливка и цементация закрепителем различных почвенных горизонтов одной из проанализированных на предыдущих этапах эксперимента смол. Почву растирали, просеивали и засыпали в капилляр. МУРР проводили до и после пропитки.

При обработке МУРР-кривых сигнал рассеяния от пустого капилляра исключался путем вычитания его из кривой рассеяния заполненного капилляра.

Таблица 2. Некоторые физические характеристики исследуемых заполнителей

Параметр	Eliqua Plus +	P&G Epoxy L + Hardener L*	Allied EpoxySet	Akepoх 1005	Spolchemie CHS-Epoxy 520 + DEM 445*	Diamant Premier E-1016	BrotLab Hill Colle HQ	Канадский бальзам
№ образца	1	2	3	4	5	6	7	8
Показатель преломления, $n_{20/D}$	–	1.547	1.519	–	–	–	–	1.525
Плотность, г/см <sup>3</sup>	–	1.05	0.99	1.06	–	1.03	–	0.99
Удлинение, %	>7	0.3	0.00008	–	–	–	–	<3
Твердость, HSD	75D	90D	89D	–	–	–	–	–

\* Hardener L, DEM 445 – отвердители. В остальных случаях использовали отвердитель, поставляемый в комплекте со смолой.

Измерения образцов закрепителей и почвы в капиллярах производили с 10-кратной повторностью. Для оценки достоверности различий размеров нанонеоднородностей исследуемых почв использовали критерий Стьюдента. Время экспозиции для всех материалов составило 120 с.

**Обработку дифракционных картин** проводили в несколько этапов: 1) были получены двумерные рентгеновские дифракционные картины малоуглового рассеяния, из которых вычитали маску центральной зоны детектора; 2) с помощью специализированной открытой программы для обработки результатов малоугловых измерений Fit2D [25] производили интегрирование каждой из двумерных картин рассеяния. В результате были получены одномерные кривые рассеяния, представляющие распределение неоднородностей по размерам в координатах  $I(s)$ , где  $I$  – уровень сигнала на детекторе как функция переноса импульса  $s = 4\pi\sin\theta/\lambda$ , где  $2\theta$  – угол рассеяния,  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения (нм<sup>-1</sup>); 3) коррекцию кривых рассеяния и пересчет распределения неоднородностей по размерам проводили с помощью программы GNOM [40]. Полученный в результате дополнительных измерений сигнал капилляра вычитали из суммарного сигнала с помощью программы PRIMUS [24]; 4) расчет размеров неоднородностей ( $R_g$ ) проводили по кривой рассеяния. Аппроксимацию размеров неоднородностей проводили исходя из предположения, что неоднородности имеют сферическую форму. Для этого использовали модель взаимодействующих сфер, для которой можно решить обратную задачу и получить распределение сфер, обеспечивающее такой же сигнал МУРР, как и наблюдаемый в ходе эксперимента [43].

**КТ-съемка.** Томографическую съемку осуществляли на микротомографе SkyScan 1172 при разрешении 7.91 мкм. Разрешение и настройки для съемки выбраны по опыту ряда более ранних исследований [18, 27, 30, 31]. Образцы для томографических исследований представлены микромонолитами и были отобраны в медицинские полипропиленовые шприцы диаметром 25 мм с отрезанным упором. Наконечник шприцов располагали по центру, что позволяло точно позиционировать образец внутри камеры КТ. При исследованиях с заполнителем образец не изымали из шприца – смола подавалась внутрь шприца в вакуумной камере во избежание формирования в почвенном монолите пузырьков воздуха. Для сухих образцов на первом этапе снимали два вертикальных сегмента по высоте с их последующей “склеивкой” при реконструкции объемной структуры. Для пропитанных образцов задействован больший объем почвы (3–4 сегмента по высоте) из-за непредсказуемости изменений, происходящих в структуре почвы при пропитке. Сухие и пропитанные образцы снимали и реконструировали с одинаковыми параметрами (табл. 3). Перед расчетами стеки (последовательный ряд КТ изображений) томографических данных были сжаты до разрешения 15.84 мкм (1000 пикселей по ширине изображения) в качестве дополнительной меры борьбы с цифровым шумом.

**3D-регистрация и подготовка области расчетов (ROI).** Стеки реконструированных топографических данных перед расчетом объемных показателей совмещали между собой в программе Bruker Data Viewer. Это позволило визуально оценить разницу между сухой и пропитанной почвой, а также подготовить dataset для расчета объемных показателей в границах образца. Из-за извлечения образцов из камеры томографа, их заливки и повторной

**Таблица 3.** Основные параметры КТ-съемки и реконструкции изображений для получения количественных структурных характеристик

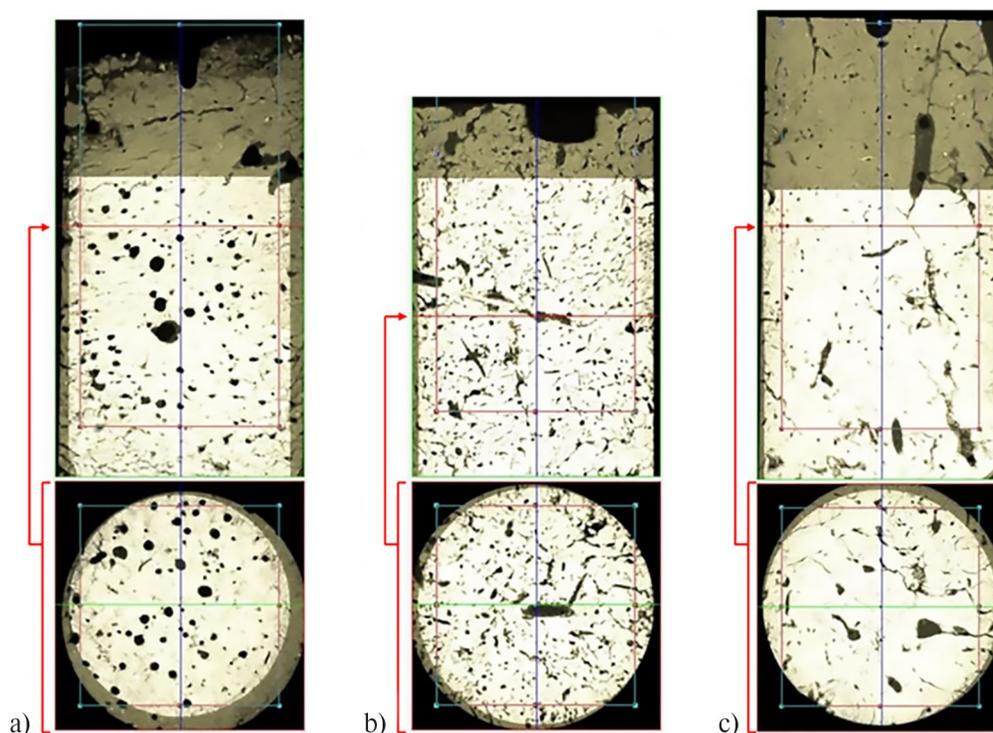
КТ-съемка	КТ-реконструкция
Энергия съемки, кВ = 100	Формат томографического среза = BMP
Ток питания, мкА = 100	Длина томграфического среза, пиксель = 2000
Число строк = 1332	Ширина томографического среза, пиксель = 2000
Число колонок = 2000	Пространственное разрешение, мкм = 7.91772
Пространственное разрешение, мкм = 7.92	Угол съемки, град = 360.00
Фильтр = Al+Cu	Фильтр “смешивания” = 4
Формат теневых проекций = TIFF	Основа, ядро смешивания = 0, Asymmetrical boxcar
Бит на пиксель = 16	Настройка фильтра кольцевого артефакта = 14
Время экспозиции, мс = 1200	Наличие/отсутствие шкалы значений на срезе = OFF
Угловой шаг, град = 0.400	Режим “объект больше поля зрения” = ON
Количество накоплений на одну теневую проекцию = ON, 3	Настройка фильтра точечных артефактов, % = 3
Контрольные проекции = ON, 10	Настройка программной компенсации неравномерного просвечивания объекта, % = 50
Съемка с поворотом на 180° или 360° = 360°	Минимальное значение градаций серого, точка черного на изображении = 0.011444
	Максимальное значение градаций серого, точка белого на изображении = 0.053407

установки обратно область совмещения образцов получается заведомо меньше, чем у исходных данных. При регистрации параметры положения образца прописываются в Data Viewer с точностью до пикселя. Сохранение стека данных после пропитки с помощью Data Viewer с дальнейшими уточнениями ROI с параметрами пространственного смещения в Bruker CTan 1.20 (далее – CTan) позволило получить два максимально близких стека данных для каждого из образцов почвы (рис. 1).

**Обработка, сегментация и расчет объемных показателей.** Сухая почва и почва, пропитанная синтетической смолой, похожи друг на друга по градациям серого, но при этом значительно различаются при попытке сегментации томографических срезов на две фазы – поровое пространство и твердую фазу. Смола, частично заполнившая сеть пор, была отнесена к поровому пространству для удобства сегментации. Пропитанная почва – объект более плотный для рентгеновского излучения. Эти образцы сняты с более длительной выдержкой и реконструированные данные по ним оказались с наибольшим уровнем цифрового шума и постобработкой фильтром

median (radius 2) [44]. Различается и порог сегментации. Для сухой почвы порог варьирует в диапазоне 37–39 (установлен по пикам на графике рентгеновской плотности) и изменяется в зависимости от горизонта почвы (верхние – менее плотные, чем нижние). Для пропитанной требуется порог в диапазоне 58–63 из-за того, что смола по рентгеновской прозрачности занимает промежуточное положение между порами и твердой фазой.

Для сухих и пропитанных образцов с использованием CTan были рассчитаны объемные показатели для твердой фазы и порового пространства. Они включали в себя характеристики объемов и площадей поверхности каждой из фаз, количественные показатели (для одиночных частиц и закрытых пор), доли объема для каждой фазы (общая, открытая и закрытая пористость), а также распределение пор по размерам по методу заполнения сферами [23, 37, 42] (локальная толщина порового пространства). Перед расчетами стеки томографических данных были сжаты до разрешения 15.84 мкм (1000 пикселей по ширине изображения) в качестве дополнительной меры борьбы с цифровым шумом.



**Рис. 1.** 3D-регистрация (точное совмещение) двух стеков томографических данных – образцов почвы до (более тусклое изображение) и после заливки эпоксидной смолой. Область совмещения, она же зона расчета объемных показателей, более светлая на вертикальном (верхний ряд) и горизонтальном (нижний ряд) срезах. Слева направо: а – горизонт SEL с признаками AKL (разрез 1-22МПЛ), б – BSN (размер 2-22МПЛ), с – BIq (разрез 4-22МПЛ). Цветные линии на изображении – технические оси совмещения стеков и границы условной области автоматического сопоставления двух стеков, из них синие и зеленые линии – вертикальные сечения через центр структуры, красные горизонтальные – расположение горизонтального среза, представленного в нижнем ряду.

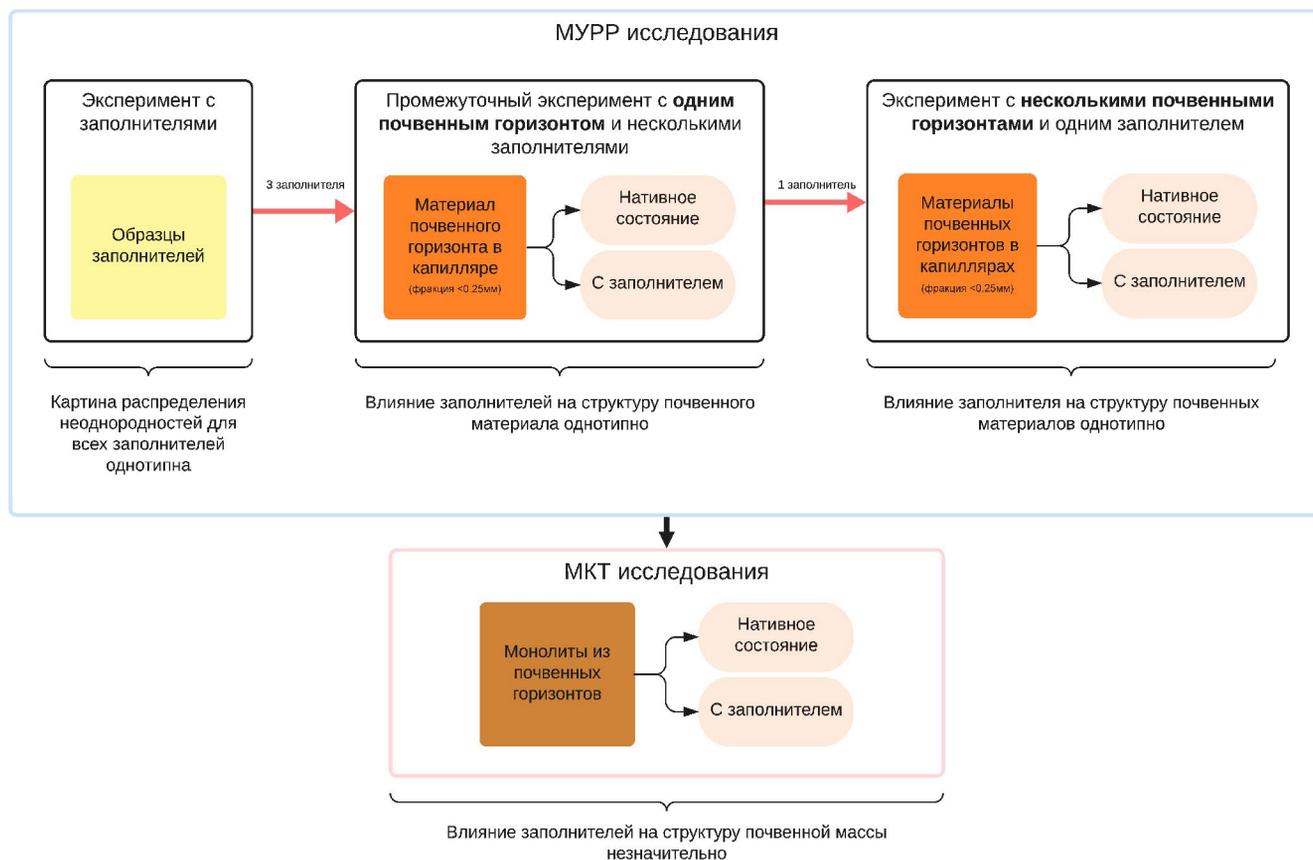
### ХОД ЭКСПЕРИМЕНТА

Для достижения поставленной цели исследование предполагало выполнение нескольких этапов (рис. 2). Первым этапом являлось сравнение заполнителей в полимеризованном состоянии методом малоуглового рентгеновского рассеяния. Исходили из предположения, что заполнитель не будет иметь неоднородностей микронного уровня после процесса вакуумирования, рекомендованного каждым производителем при подготовке смолы к полимеризации. МУРР покажет различие смол на более тонкой, нанометровой размерности. Задача первого этапа – выявить сходство и отличия нано неоднородностей в поровом пространстве смол в выборе наиболее подходящих для их использования при пропитке почв на следующих этапах. Предполагается, что в ряду исследуемых смол будут те, которые имеют значительные отклонения от общего тренда.

На втором этапе выбирали заполнители, попавшие в область однотипных неоднородностей. Если таких закрепителей оказывалось больше половины, то авторы оставляли те, которые наиболее

часто применяются в лаборатории при изготовлении шлифов. С ними проводили эксперимент по заполнению почвенной массы и ее анализа на МУРР. Этот этап позволил сравнить на наноуровне фракцию в нативном состоянии и с закрепителем, выявив влияние смолы на наноструктуру исследуемого объекта. Стоит отметить, что в этом и последующем этапах использовали фракцию  $<0.25$  мкм, а изучаемые неоднородности по отношению к ней пренебрежимо малы (до 100–500 нм). Это не позволяет провести полную корреляцию с почвой, так как не сохраняется структура почвы. Тем не менее возможно изучить влияние заполнителя на отдельные структурные фрагменты, составляющие почву.

Третий этап проводили с применением эталонной смолы и различных почвенных горизонтов. Эталонность смолы определяли, исходя из результатов прошлых экспериментов. Если заполнители на прошлом этапе показывали одинаковый результат, то учитывались их оптико-физические параметры. На этом этапе планировали выявить закономерность влияния смолы на нанопоровое пространство разных почвенных горизонтов.



**Рис. 2.** Блок-схема проведения эксперимента по оценке влияния заполнителя на характер порового пространства почвы с использованием МУРР и КТ методов.

Далее, на четвертом этапе, предполагалось изучение влияния смолы на структуру и поровое пространство различных почвенных горизонтов с применением компьютерной томографии. Результатом этого этапа являлась количественная характеристика изменения порового пространства при пропитке смолой почвенного монолита.

Таким образом, получили разницу рентгеновской прозрачности смол и их влияние на некоторые почвенные горизонты на наноуровне, после этого перешли на микроуровень и уточнили вклад воздействия закрепителей на структуру образца в целом.

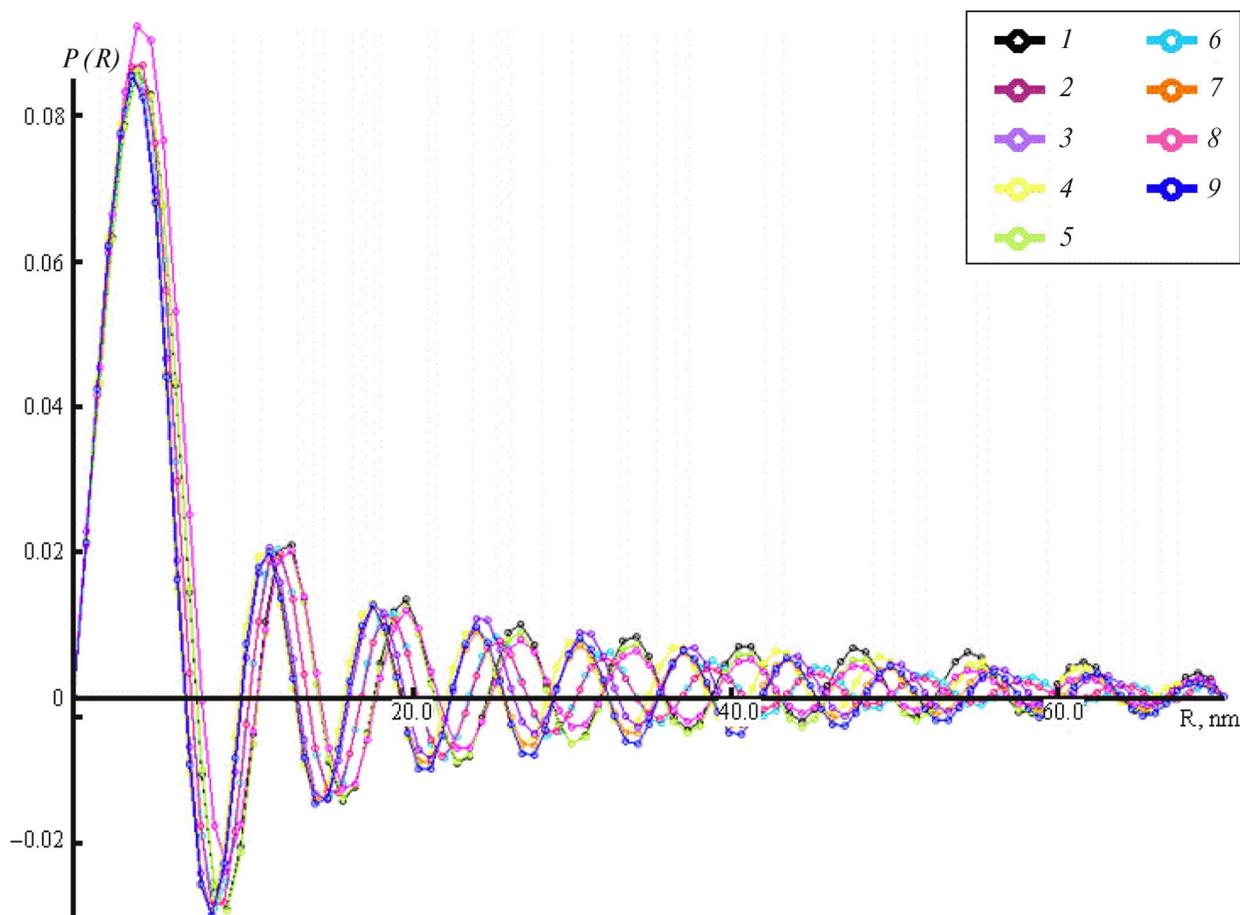
## РЕЗУЛЬТАТЫ

**Определение оптимальных параметров для исследования почвы на станции БиоМУР.** В результате исследования выяснилось, что наиболее информативным является использование расстояния до детектора в 2.5 м. Максимальный размер анализируемой почвенной МУРР неоднородности составляет примерно 150–170 нм, а наиболее информативный диапазон на графике составляет от 15 до ~180 точек. На начальном участке графика наблюдается

быстрый спад интенсивности на 4–5 порядков, что указывает на значительную разницу между максимальным и минимальным размером неоднородностей в образце. Более резкое уменьшение соответствует большему вкладу крупных частиц, которые характерны для почв. При выборе корреляционного сглаживающего коэффициента рекомендуется сравнивать экспериментальные данные и корреляционную функцию в области первых 5–6 точек графика, для которой разработаны преобразования Генье (32, 33).

Уменьшение расстояния между образцом и детектором до 1.5 м приводит к значительному уменьшению максимального размера определяемой неоднородности до 40 нм. При этом в такой полидисперсной системе, как почва, на графике корреляционной функции наблюдаются значительные осцилляции уже в области менее 20 нм, что неприемлемо для получения качественной картины МУРР.

**Сравнение данных МУРР при исследовании различных заполнителей.** На рис. 3 представлены функции распределения парных расстояний  $P(R)$  образцов различных заполнителей (табл. 2)



**Рис. 3.** Функции распределения парных расстояний  $P(R)$  образцов из табл. 2 и воздуха (9 на легенде), полученные по данным о размерах неоднородностей. Данные о размерах неоднородностей получены интегрированием одномерных кривых МУРР в PRIMUS.  $R$  – размер неоднородностей, нм.

и воздуха (съемка без образца), представляющие собой осцилляции вокруг горизонтальной оси координат ( $R$ ). Функция распределения парных расстояний  $P(R)$  является основной характеристикой рассеивающих объектов, которая содержит информацию о форме и структуре частицы и позволяет оценивать ее максимальный размер [34].

Осцилляция функции распределения парных расстояний вокруг горизонтальной оси указывает на отсутствие неоднородности МУРР сигнала, т.е. можно сказать, что материал закрепителя является прозрачным по данным МУРР и не вносит вклад в картину распределения неоднородностей при изучении почвенных образцов.

**Сравнение данных МУРР при исследовании почвы, пропитанной различными заполнителями.** Так как все изучаемые закрепители оказались прозрачными, то для следующего этапа эксперимента из них были отобраны те, что используются наиболее часто специалистами по изготовлению шлифов. Объектом являлся гумусовый горизонт (AU по [4])

чернозема типичного Курской области. Отмечается, что канадский бальзам в чистом виде и с растворителем меняют размерности нанонеоднородностей в почвенном образце (табл. 4). Тогда как образцы с эпоксидными смолами Diamant E-1016 и Allied EpoxySet не изменяют наноструктуру почвы на нативном уровне.

**Сравнение данных МУРР при исследовании различных горизонтов почвы, пропитанных заполнителем.** Образцы почвы разреза 1-22МПЛ, за исключением горизонта ВСс, были пропитаны смолой Allied EpoxySet. Предыдущий этап показал, что почва, пропитанная заполнителями на синтетической основе, имеет распределение неоднородностей в наноструктуре, сопоставимое с их распределением в нативной почве. Свойства этой смолы превосходят второй закрепитель по физическим показателям, поэтому он выбран для дальнейших исследований.

Данные эксперимента представлены в виде диаграммы (табл. 5). В профиле отмечается тенденция

**Таблица 4.** Описательные статистики размеров неоднородностей (нм) образцов почвы горизонта AU (чернозем) с различными заполнителями

№ образца	Заполнитель	Min	<i>M</i>	$\mu$	Max	25%	75%
1	Отсутствует	106.7	118.5	116.8	125.2	112.6	121.8
2	Эпоксидная смола Allied EpoxySet	115.6	119.1	118.3	120.3	117.3	119.7
3	Diamant E-1016	105.7	110.0	109.1	111.8	107.8	110.9
4	Канадский бальзам, разведенный ксилолом	86.7	100.9	98.0	106.6	93.8	103.7
5	Канадский бальзам	81.0	83.2	83.4	85.3	82.4	84.5

Примечание. Min – минимальное значение, Max – максимальное значение, *M* – медиана,  $\mu$  – среднее, 25% – квартиль Q1, 75% – квартиль Q3. Каждый образец снят в 10 повторностях.

**Таблица 5.** Описательные статистики размеров неоднородностей образцов почвы (разрез 1-22МПЛ) с заполнителем Allied EpoxySet, нм

№ образца	Горизонт	Заполнитель	Min	<i>M</i>	$\mu$	Max	25%	75%	<i>S</i>	<i>p</i> -value
1	SEL	Нет	76.3	80.2	79.9	84.3	77.3	76.3	3.2	0.141
2		Есть	78.4	83.4	82.9	90.7	79.2	78.4	4.8	
3	BSN	Нет	69.0	73.9	74.2	79.7	71.3	69	4.3	0.001
4		Есть	80.1	87.0	86.4	93.6	81.0	80.1	5.9	
5	BSNca	Нет	60.2	66.0	65.2	70.7	61.8	60.2	4.3	0.004
6		Есть	69.5	78.9	79.4	95.4	70.4	69.5	10.5	
7	BCA	Нет	60.7	69.5	69.0	75.2	61.5	60.7	4.1	0.025
8		Есть	72.8	84.4	85.1	98.7	80.1	72.8	9.7	
9	BC	Нет	72.2	85.9	86.7	89.2	73.4	72.2	7.6	0.011
10		Есть	83.4	93.2	93.0	102.4	87.7	83.4	7.7	

Примечание. Min – минимальное значение, Max – максимальное значение, *M* – медиана,  $\mu$  – среднее, 25% – квартиль Q1, 75% – квартиль Q3, *s* – среднеквадратичное отклонение, *p*-value – уровень значимости (критерий Стьюдента) между образцом с заполнителем и без заполнителя. Каждый образец снят в 10 повторностях.

к увеличению размера неоднородностей от 3.8 до 23.4% с увеличением глубины при заливке смолой в сравнении с данными нативной почвы. Критерием Уилка–Шапиро определено, что данные имеют нормальное распределение, поэтому для оценки достоверных различий был применен критерий Стьюдента. Все образцы за исключением образца из горизонта SEL имеют достоверные различия при уровне значимости *p*-value = 0.05.

**Оценка изменений в структуре и поровом пространстве по данным КТ.** Для оценки степени воздействия заполнителя на структуру почвенной массы были обработаны данные КТ горизонтов SEL (2), BSNca (3) и BCA (3) почвы разреза

1-22МПЛ; SEL (3), BSN (3) – р.2-22МПЛ; AJ (2), BIq (2) и BCA (2) – р.4-22МПЛ. В скобках указано количество повторностей. Данные повторностей имеют малый разброс КТ характеристик внутри одного горизонта и являются сопоставимыми.

Разницу в структуре между естественной и пропитанной смолами почвой можно показать в числах, факт изменений порового пространства – показателем общей пористости. Увеличение “шумности” томографических данных и попадание части шумов при сегментации в поровое пространство покажет увеличение количества закрытых пор. Это можно проследить, проведя распределение пор по размерам и оценив изменения на пределе разрешения

**Таблица 6.** Количественные данные объемных показателей почвы, полученные по результатам обработки КТ-изображений, %

Параметр	р. 1-22МПЛ						р. 2-22МПЛ				р. 4-22МПЛ					
	SEL		BSNca		BCA		SEL		BSN		AJ		BIq		BCA	
	н.	п.	н.	п.	н.	п.	н.	п.	н.	п.	н.	п.	н.	п.	н.	п.
Закрытые поры	4.3	4.5	0.9	1.3	1.6	1.6	1.4	1.6	1.2	1.7	0.4	0.7	0.7	0.9	0.6	0.9
Открытые поры	5.2	5.2	8.5	7.6	7.3	5.6	9.2	8.7	11.2	9.9	31.6	28.4	6.7	6.4	8.7	8.3
Общая пористость	9.5	9.7	9.4	8.8	8.9	7.2	10.6	10.4	12.4	11.6	32.1	29.1	7.4	7.3	9.3	9.3
Доля закрытых пор в ПП	45.3	46.3	9.2	14.6	24.1	27.2	15.3	20.2	9.8	15.0	1.4	2.3	9.3	12.4	7.1	10.4
Доля открытых пор в ПП	54.7	53.7	90.8	85.4	75.9	72.8	84.7	79.8	90.2	85.0	98.6	97.7	90.7	87.6	92.9	89.6

Примечание. н. – нативная почва; п. – почва, пропитанная закрепителем.

томографической съемки. Таких пор на срезах относительно немного, но суммарно на них приходится значительная часть объема порового пространства.

В результате пропитки почвы и дальнейшей визуальной оценке произошли следующие изменения: трещины, менее выраженные в естественной почве, по краям стали более широкими и раскрытыми после пропитки. Незначительно изменилась форма и внутренние очертания некоторых рыхлых структур в теле почвы, но это также может быть связано с неточностью при 3D-регистрации. При объемном моделировании разница в большинстве почв между сухим и пропитанным образцом практически незаметна.

Для всех горизонтов почв, за исключением ВСА в разрезе 1-22МПЛ, характерна трансформация пор из крупных в мелкие после пропитки по границы раздела пор в 0.1–0.2 мм. Количество мелких пор увеличивается от 0.4 до 8% (в среднем 2.8%). У горизонта ВСА разреза 1-22МПЛ до 0.08 мм количество пор сокращается на 6%, переходя в более крупные. Общая пористость в результате пропитки смолой уменьшается в среднем на 0.8%. Доля закрытых пор изменяется и имеет тренд к увеличению от 1 до 5.5% (в среднем на 3.4%) в образцах с закрепителем (табл. 6).

## ОБСУЖДЕНИЕ

Результат первого этапа эксперимента показывает, что все выбранные закрепители имеют прозрачный сигнал, схожий с сигналом от воздуха. Таким образом, наполнитель сам по себе не имеет значимых неоднородностей в наноструктуре, следовательно его влияние может иметь значение только применительно к конкретному объекту.

Второй этап эксперимента подтверждает результаты первого этапа. Некоторые эпоксидные смолы демонстрируют незначительный вклад при пропитке почвенной фракции. Пихтовая смола, возможно, из-за генетической гетерогенности и свойств, отражается на картине размеров нанонеоднородностей более явно, уменьшая его в среднем с 116.1 до 83.4 нм.

Тенденция к увеличению размера неоднородностей с увеличением глубины горизонта выявляется как в нативном, так и в пропитанном состоянии почвы по данным МУРР. На данном этапе можно только предполагать природу данного явления. Не исключено влияние со стороны органического вещества, количество которого уменьшается с глубиной. Проведенные дополнительные исследования минеральной части [9], косвенно доказывают увеличение размера неоднородностей с глубиной по изменению соотношения количества отдельных глинистых минералов. Тем не менее описать столь резкое (до 23.4%) увеличение неоднородностей при пропитке на данном этапе невозможно. Исследования малоуглового рентгеновского рассеяния почвенных образцов с различными наполнителями были проведены впервые и показали необходимость дальнейших экспериментов. До сих пор неизвестно, как наполнители реагируют с конкретными элементами твердой фазы почвы: органическим веществом различного состава, кластогенными и глинистыми минералами. Планируем провести подобный эксперимент в почвенных шлифах, чтобы полностью исключить вклад конкретной фракции почвы и рассмотреть почву в целом. Этот подход сложен в пробоподготовке, так как требует переноса 30 мкм среза почвенного монолита на тонкую пленку (клеящую ленту) для съемки на станции МУРР.

Анализ данных КТ в некоторой степени подтвердил ранее опубликованный эксперимент [3]. Наблюдаем ту же самую границу раздела фракций в области 0.2 мм в ходе пропитки образцов. Не исключено, что подобный переход характерен для различных текучих веществ, имеющих гидрофильные свойства по отношению к почве. Увеличение количества мелких пор может быть связано с незначительным набуханием почвенной массы и, как следствие, уменьшения размера более крупных пор, что и наблюдается при анализе КТ данных. Этот вывод согласуется с теорией усадки-набухания почвы в зависимости от увлажнения—иссушения [40]. Не исключено, что этот же процесс влияет на увеличение числа закрытых пор вследствие сжатия каналов, соединяющих открытые поры в нативном состоянии почвы. Значительное увеличение общей пористости на фоне повышения доли более крупных объектов может показать как раз изменения в мезоструктурах, как вариант — увеличение трещин. Следует отметить, что пропитка смолой практически не дает эффекта набухания почвы. Возможно, это также связано с типом используемой смолы.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенная методическая работа позволяет учитывать вклад закрепителя при пробоподготовке образцов к микроскопическим и микроморфологическим исследованиям для целого ряда методов, таких как изучение шлифов под оптическим микроскопом, исследования монолитов в КТ, СЭМ и других. Впервые был проведен комплексный эксперимент, в ходе которого показано влияние искусственных и натуральных заполнителей на почвенную массу на нано- и микроуровнях. Апробированы и приведены оптимальные характеристики оптической части станции БиоМУР КИСИ для органо-минеральных объектов.

Сделан вывод, что синтетическая смола в качестве закрепителя оказывает незначительное влияние на микроструктуру почвы в результате набухания почвенной массы. Это влияние незначительно, но его стоит учитывать при определенных условиях: сравнение количественных структурных показателей в шлифах, аншлифах или монолитах, которые были подвергнуты воздействию закрепителя, со сходными данными полученными при исследованиях в нативном состоянии. Исследование показало рентгеновскую прозрачность наноструктуры синтетических смол, используемых в качестве закрепителей при изготовлении почвенных микромонолитов и шлифов. Получены данные о влиянии заполнителя на наноструктуру различных почвенных горизонтов. Необходимы дальнейшие исследования почвы ненарушенного микросложения в тонких срезах из микромонолитов.

### БЛАГОДАРНОСТЬ

Авторы выражают благодарность признательность Г.С. Петерсу за помощь в съемке на станции БиоМУР “КИСИ-Курчатов”; М.А. Лебедеву за рекомендации при пробоподготовке материалов закрепителей; П.В. Конареву за помощь в интерпретации данных МУРР. Томографические исследования проведены на базе Центра коллективного пользования научным оборудованием “Функции и свойства почв и почвенного покрова” Почвенного института им. В. В. Докучаева.

### ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ, проект № 21-74-20121.

### КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Абросимов К.Н., Герке К.Н., Семенов И.Н., и Корост Д.В.* Применения алгоритма Оцу при сегментации порового пространства почв по томографическим данным // Почвоведение. 2021. № 4. С. 475–488.  
<https://doi.org/10.31857/S0032180X21040031>
2. *Бернштейн П.С., Буняк Н.Д.* Пропитка заготовок для изготовления безрельфных аншлифов составами на основе сингенетических смол и монтирование их в стандартные шашки // Тр. ЦНИГРИ цвет. и благород. металлов. 1974. № 142. С. 3–47.
3. *Калинин Т.Г., Ивонин Д., Абросимов К.Н., Грачев Е.А., Сорокина Н.В.* Анализ томографических изображений структуры порового пространства почв методами интегральной геометрии // Почвоведение. 2021. № 9. С. 1113–1123.  
<https://doi.org/10.31857/S0032180X21090033>
4. Классификация и диагностика почв России. Смоленск: Ойкумена, 2004. 342 с.
5. Классификация и диагностика почв СССР. М.: Колос, 1977. 224 с.
6. *Коненко В.Ф.* Методика изготовления прозрачных препаратов для исследования на микрозонде // Минералогия и петрохимия интрузивных комплексов Сибири. Новосибирск: Наука, 1982, 156 с.
7. *Лебедева М.П., Плотникова О.О., Чурилин Н.А., Романис Т.В., Шишков В.А.* Влияние состава и свойств хвалыньских отложений на эволюцию почв Волго-Уральского междуречья (по результатам минералогических и микроморфологических исследований) // Геоморфология. 2022. № 53. С. 48–59.  
<https://doi.org/10.31857/S0435428122050091>

8. Михайленко Ю. В. Изготовление прозрачных и полированных шлифов. Методические указания. Ухта: УГТУ, 2012. 43 с.
9. Мусаэлян Р.Э. Связь между данными малоуглового рентгеновского рассеяния и рентгеновской дифракции при определении минерального состава солонца (Джаныбекский стационар) // Глины и глинистые минералы – 2023. VI Рос. сов. по глинам и глинистым минералам “ГЛИНЫ-2023”. СПб., 13–16 июня 2023 г. М.: ИГЕМ РАН, 2023. 232 с.
10. Полевой определитель почв России. М.: Почв. ин-т им. В.В. Докучаева, 2008. 182 с.
11. Роде А.А., Польский М.Н. Почвы Джаныбекского стационара, их морфологическое строение, механический и химический состав и физические свойства // Почвы полупустыни Северо-Западного Прикаспия и их мелиорация. 1961. Т. 56. С. 3–214.
12. Хитров Н.Б., Герасимова М.И. Диагностические горизонты в классификации почв России: версия 2021 г. // Почвоведение. 2021. № 8. С. 899–910. <https://doi.org/0.31857/S0032180X22010087>
13. Хитров Н.Б., Герасимова М.И. Предлагаемые изменения в классификации почв России: диагностические признаки и почвообразующие породы // Почвоведение. 2022. № 1. С. 3–14. <https://doi.org/10.31857/S0032180X22010087>
14. Bahadur J., Radlinski A.P., Melnichenko Y.B., Mastalerz M., Schimmelmann A. Small-angle and ultra-small-angle neutron scattering (SANS/USANS) study of New Albany shale: a treatise on microporosity // Energy Fuels. 2015. V. 29. P. 567–576. <https://doi.org/10.1021/ef502211w>
15. Bendle J., Palmer A., Carr S. A comparison of micro-CT and thin section analysis of Lateglacial glaciolacustrine varves from Glen Roy, Scotland // Quarter. Sci. Rev. 2015. P. 114. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2015.02.008>
16. Neil C.W., Hjelm R.P., Hawley M.E., Watkins E.B., Cockreham C., Wu D., Mao Y. Probing oil recovery in shale nanopores with small-angle and ultra-small-angle neutron scattering // Int.J. Coal Geology. 2022. V. 253. P. 103950. <https://doi.org/10.1016/j.coal.2022.103950>
17. Elliot T., Heck R. A comparison of optical and X-ray CT technique for void analysis in soil thin section // Geoderma. 2007. V. 141. P. 60–70. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2007.05.001>
18. Fomin D.S., Yudina A.V., Romanenko K.A., Abrosimov K.N., Karsanina M.V., Gerke K.M. Soil pore structure dynamics under steady-state wetting-drying cycle // Geoderma. 2023. V. 432. P. 116401. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2023.116401>
19. Fomin D., Timofeeva M., Ovchinnikova O., Valdes-Korovkin I., Holub A., Yudina A. Energy-Based Indicators of Soil Structure by Automatic Dry Sieving // Soil Till. Res. 2021. V. 214. P. 105183. <https://doi.org/10.1016/j.still.2021.105183>
20. Ganyushkin D., Lessovaia S., Vlasov D., Kopitsa G., Almásy L., Chistyakov K., Panova E. Application of Rock Weathering and Colonization by Biota for the Relative Dating of Moraines from the Arid Part of the Russian Altai Mountains // Geosciences (Switzerland). 2021. V. 11(8). P. 342. <https://doi.org/10.3390/geosciences11080342>
21. Greenland D.J. Soil damage by intensive arable cultivation: temporary or permanent? // Phil. Trans. Royal Soc. 1977. V. 281. P. 193–208.
22. Hammersley A.P. FIT2D: a multi-purpose data reduction, analysis and visualization program // J. Appl. Crystallogr. 2016. V. 49. P. 646–652. <https://doi.org/10.1107/S1600576716000455>
23. Hildebrand T., Ruegsegger P. A new method for the model independent assessment of thickness in three dimensional images // J. Microsc. 1997. V. 185. P. 67–75. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2818.1997.1340694.x>
24. IUSS Working Group WRB 2015 World Reference Base for Soil Resources 2014, update 2015 International soil classification system for naming soils and creating legends for soil maps / World Soil Resources Reports no 106. Rome: FAO. 2015.
25. Konarev P.V., Volkov V.V., Sokolova A.V., Koch M.H.J., Svergun D.I. PRIMUS: a Windows PC-based system for small-angle scattering data analysis // J. Appl. Crystallogr. 2003. V. 36. P. 1277–1282. <https://doi.org/10.1107/S0021889803012779>
26. Lebedeva M.P., Golovanov D.L., Abrosimov K.N. Micromorphological diagnostics of pedogenetic, eolian, and colluvial processes from data on the fabrics of crusty horizons in differently aged extremely aridic soils of Mongolia // Quarter. Int. 2016. V. 418. P. 75–83. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2015.12.042>
27. Lessovaia S.N., Gerrits R., Gorbushina A.A., Polekhovskiy Y.S., Dultz S., Kopitsa G.G. Modeling Biogenic Weathering of Rocks from Soils of Cold Environments // Processes and Phenomena on the Boundary Between Biogenic and Abiogenic Nature. Lecture Notes in Earth System Sciences. 2020. V. 789. P. 501–515. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-21614-6\\_27](https://doi.org/10.1007/978-3-030-21614-6_27)
28. Lessovaia S., Plötze M., Inozemzev S., Goryachkin S. Traprock transformation into clayey materials in soil environments of the Central Siberian Plateau, Russia // Clays and Clay Minerals. 2016. V. 64. P. 668–676. <https://doi.org/10.1346/CCMN.2016.064042>
29. Haili L., Anneleen F., Julie D., Bart P., Swennen R. X-ray high resolution micro-CT of thin sections: A new calibration approach between classical // EGU General Assembly Conference Abstracts. 2009.
30. Mady A.Y., Shein E.V., Abrosimov K.N., Skvortsova E.B. X-ray computed tomography: Validation of the effect of pore size and its connectivity on saturated hydraulic conductivity // Soil Environ. 2021. V. 40. P. 1–8. <https://doi.org/10.25252/SE/2021/182420>

31. *Mady A.Y., Shein E.V., Skvortsova E.B., Abrosimov K.N.* Evaluate the impact of porous media structure on soil thermal parameters using x-ray computed tomography // *Eurasian Soil Science*. 2020. V. 53. P. 1752–1759. <https://doi.org/10.1134/S1064229320120066>
32. *Nguyen T.X., Bhatia S.K.* Characterization of accessible and inaccessible pores in microporous carbons by a combination of adsorption and small angle neutron scattering // *Carbon*. 2012. V. 50. P. 3045–54. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2012.02.091>
33. *Peters G.S., Zakharchenko O.A., Konarev P.V., Kartmazikov Y.V., Smirnov M.A., Zabelin A.V., Mukhamedzhanov E.H.* The small-angle X-ray scattering beamline BioMUR at the Kurchatov synchrotron radiation source // *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.* 2019. V. 945. P. 162616. <https://doi.org/10.1016/J.NIMA.2019.162616>
34. *Peters G.S., Gaponov Y.A., Konarev P. V., Marchenkova M.A., Iliina K.B., Volkov V. V., Pisarevsky Y. V.* Upgrade of the BioMUR beamline at the Kurchatov synchrotron radiation source for serial small-angle X-ray scattering experiments in solutions // *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.* 2022.V. 1025. P. 166170. <https://doi.org/10.1016/J.NIMA.2021.166170>
35. *Plotnikova O., Romanis T., Kust P.* Comparison of digital image analysis methods for morphometric characterization of soil aggregates in thin sections // *Dokuchaev Soil Bulletin*. 2020. V. 104. P. 199–222. <https://doi.org/10.19047/0136-1694-2020-104-199-222>
36. *Radlinski A.P., Radlinska E.Z.* The microstructure of pore space in coals of different rank: a small angle scattering and SEM study // *Coalbed methane: scientific, environmental and economic evaluation* / Eds. Mastalerz M. et al. Dordrecht, 1999. P. 329–365. [https://doi.org/10.1007/978-94-017-1062-6\\_20](https://doi.org/10.1007/978-94-017-1062-6_20)
37. *Remy E., Thiel E.* Medial axis for chamfer distances: computing look-up tables and neighbourhoods in 2D or 3D // *Pattern Recognition Lett.* 2002. V. 23. P. 649–661. [https://doi.org/10.1016/S0167-8655\(01\)00141-6](https://doi.org/10.1016/S0167-8655(01)00141-6)
38. *Ruppert L.F., Sakurovs R., Blach T.P., He L., Melnichenko Y.B., Mildner D.F.R., Alcantar-Lopez L.* A USANS/SANS Study of the Accessibility of Pores in the Barnett Shale to Methane and Water // *Energy and Fuels*. 2013. V. 27. P. 772–779. <https://doi.org/10.1021/EF301859S>
39. *Stirck G.B.* Some aspects of soil shrinkage and effect of cracking upon water entry into the soils // *Austr. J. Agric. Res.* 1954. P. 279–296. <https://doi.org/10.1071/AR9540279>
40. *Svergun D.I.* Determination of the regularization parameter in indirect-transform methods using perceptual criteria // *J. Appl. Crystallogr.* 1992. V. 25. P. 495–503. <https://doi.org/10.1107/S0021889892001663>
41. *Tsukimura K., Miyoshi Y., Takagi T., Suzuki M., Wada S.* Amorphous nanoparticles in clays, soils and marine sediments analyzed with a small angle X-ray scattering (SAXS) method // *Scientific Rep.* 2021. V. 11. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-86573-9>
42. *Ulrich D, van Rietbergen B, Laib A, R uegsegger P* The ability of three- dimensional structural indices to reflect mechanical aspects of trabecular bone // *Bone*. 1999. V. 25. P. 55–60. [https://doi.org/10.1016/s8756-3282\(99\)00098-8](https://doi.org/10.1016/s8756-3282(99)00098-8)
43. *Volkov V.V., Konarev P.V., Kryukova A.E.* Combined Scheme of Reconstruction of the Particle Size Distribution Function Using Small-Angle Scattering Data // *JETP Lett.* 2021. V. 1129. P. 591–595. <https://doi.org/10.1134/S0021364020210110>
44. *Young I.T., Gerbrands J.J., van Vliet L.J.* Fundamentals of Image Processing. 2004. P. 112.
45. *Zhao J., Jin Zhijun, Hu Q., Jin Zhenkui, Barber T.J., Zhang Y., Bleuel M.* Integrating SANS and fluid-invasion methods to characterize pore structure of typical American shale oil reservoirs // *Sci. Rep.* 2017. V. 7. P. 1–16. <https://doi.org/10.1038/S41598-017-15362-0>

## Effect of Different Synthetic Resins on Soil Nano- and Microstructure

R. E. Musaelyan<sup>1, \*</sup>, K. N. Abrosimov<sup>1</sup>, and K. A. Romanenko<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Dokuchaev Soil Science Institute, Moscow, 119017 Russia*

*\*e-mail: romaniero1@gmail.com*

The use of synthetic and natural resins in the fixation of organic-mineral matter for further studies is common, e.g. in the micromorphological study of soils, since the procedure of making thin sections includes the impregnation of the sample with aggregates. At the same time, their effect on the soil structure has not been known until now. In this article, an experiment to study the effect of synthetic and natural resins on the nano- and microstructure of soil during impregnation is set up for the first time. Using small-angle X-ray scattering and computed tomography techniques, the first data are obtained on the characteristics of resins frequently used in laboratories, as well as on their effects on the structure of soil samples. The X-ray “transparency” of fixing materials was detected. Subsequent impregnation of AU horizon fraction from Haplic Chernozems of Kursk region by them allowed to establish the influence of epoxy resin on the change of size of nanostructural heterogeneities of soil. The experiment with different horizons of Protosalic Solonetz allowed to establish an increase in the size of nanoheterogeneities with depth in the trend of native soil in relation to the trend of impregnated soil. At the micro level, a decrease in microporosity within the first per cent after polymerisation of the curing agent was proved. The nanostructure of soil monoliths and separate fractions were investigated for the first time at this station. The above results can be used in sample preparation and further analysis of organic-mineral objects (soil, rock, ground) for a number of studies that require fixation of the substance structure at different dimensional levels.

*Keywords:* computed tomography, small angle X-ray scattering, SAXS, epoxy resin, Canadian balsam, microscopy, micromorphology, thin section