ПОЧВОВЕДЕНИЕ, 2020, № 11, с. 1353–1371

ФИЗИКА ПОЧВ

УДК 631.43

ПУТИ СОЗДАНИЯ КЛАССИФИКАЦИИ ПОЧВ ПО ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОМУ СОСТАВУ НА ОСНОВЕ МЕТОДА ЛАЗЕРНОЙ ДИФРАКЦИИ[1]

© 2020 г. А. В. Юдина[a, *], Д. С. Фомин[a], И. А. Валдес-Коровкин[a, b], Н. А. Чурилин[a], М. С. Александрова[b, c], Ю. А. Головлева[b], Н. В. Филиппов[d], И. В. Ковда[a], А. А. Дымов[e], Е. Ю. Милановский[a, b]

[a]Почвенный институт им. В.В. Докучаева, Пыжевский пер., 7, стр. 2, Москва, 119017 Россия
[b]МГУ им. М.В. Ломоносова, Ленинские горы, Москва, 119991 Россия
[c]Институт глобального климата и экологии имени академика Ю.А. Израэля, ул. Глебовская, 20Б, Москва, 107258 Россия
[d]Институт биологических проблем криолитозоны СО РАН, пр-т Ленина, 41, Якутск, 677007 Россия
[e]ИБ ФИЦ Коми НЦ УрО РАН, ул. Коммунистическая, 28, Сыктывкар, ГСП-2, Республика Коми, 167982 Россия
*e-mail: yudina_av@esoil.ru

Поступила в редакцию 04.12.2019 г.
После доработки 30.01.2020 г.
Принята к публикации 24.04.2020 г.

Существующие классификации почв по гранулометрическому составу были разработаны на основе данных, полученных с помощью методов, основанных на явлении седиментации. Цель данной статьи – рассмотреть пути решения проблемы использования данных метода лазерной дифракции для классификации почв по гранулометрическому составу. Проведено подробное сравнение данных гранулометрического анализа почв, полученного двумя методами – с помощью лазерной дифрактометрии и классическим пипет-методом. Показана воспроизводимость метода лазерной дифракции и влияние стадии окисления на текстурный класс почв. На основании исследования 8 типов почв (всего – 32 полных разреза), формирующих зональный ряд, – от подзолов (Podzols, Приполярный Урал) до ферраллитной почвы (Ferrasols, Юго-Западная Океания), отличающихся по минералогическому составу, дисперсности и представленных в них элементарным почвенным процессам. Показано, что прямое применение классификаций Качинского и USDA с данными метода лазерной дифракции приводит к ошибкам в определении текстурного класса в 43 и 65% случаев, соответственно. Усложнение моделей пересчета, введение новых переменных и учет влияния межлабораторной ошибки позволяют правильно определить текстурный класс по классификациям Качинского и USDA не более чем в 70 и 72% образцов почв соответственно. Наиболее простым и эффективным подходом решения проблемы классификации для метода лазерной дифракции является калибровка существующих классификаций непосредственно на основе измерения образцов почв, для которых определен текстурный класс полевым методом.

Ключевые слова: классификация Качинского, классификация USDA, текстура почв, пробоподготовка образцов почв, ультразвуковая диспергация

DOI: 10.31857/S0032180X20110143

ВВЕДЕНИЕ

Гранулометрический состав (**ГС**) – наиболее распространенная количественная физическая характеристика, используемая при описании дисперсности почв, в диагностике и классификации почв, при решении многих прикладных задач. Наиболее распространенными подходами описания ГС почв являются методы, основанные на явлении седиментации, и метод лазерной дифракции (**ЛД**). И если для первой группы методов существует ряд классификаций почв по ГС, то для метода ЛД до настоящего времени такие классификации не разработаны, что затрудняет его использование на практике – в агропроизводстве, инженерных изысканиях, при оценке земельных ресурсов, классификации почв [3, 5, 6].

С момента появления метода ЛД в почвоведении появились работы, посвященные сравнению его с классическим пипет-методом. Разница меж-

[1] К статье имеются дополнительные материалы, доступные для авторизированных пользователей по doi: 10.31857/S0032180X20110143.

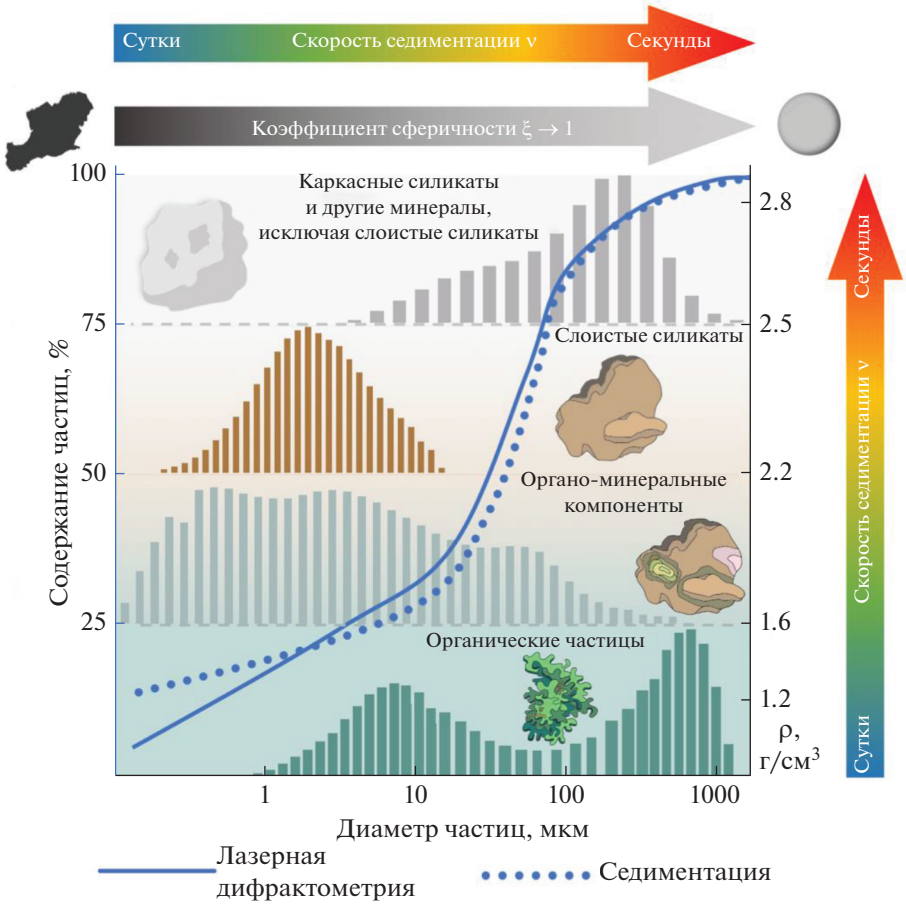

Рис. 1. Различия между результатами метода ЛД и пипет-метода. Ось X – диаметр частиц (мкм), левая ось Y – кумулятивное содержание частиц (%), правая ось Y – плотность частиц (ρ, г/см^3). Интегральные кривые (синяя сплошная и пунктирная линии) показывают разницу в результатах метода ЛД и пипет-метода (усредненные данные для почв суглинистого гранулометрического состава). Гистограммы показывают типичные для суглинистых почв (встречаемые в гумусовых горизонтах Retisols, Phaeozems, Mollisols) распределения по размерам основных компонентов твердой фазы (минеральных, органо-минеральных и органических частиц) в зависимости от типа и плотности (соотношение площадей гистограмм компонентов не нормированы относительно левой оси Y). Цветные стрелки показывают увеличение скорости седиментации частиц от мелких к крупным в зависимости от сферичности (серая стрелка) и плотности частиц (правая ось Y).

ду этими методами обсуждалась не раз [13, 15, 20, 25, 28]. Основное различие между результатами, полученными с использованием рассматриваемых методов, заключается в значительно меньшем содержании частиц размерами <1 мкм или <2 мкм (илистой фракции), получаемом методом ЛД (рис. 1). Различия связаны прежде всего с тем, что пипет-метод и метод ЛД имеют различную физическую основу. Пипет-метод основан на явлении седиментации и законе Стокса, результатом является *массовое* распределение частиц по размерам. Метод ЛД основан на измерении угловой интенсивности рассеянного света, его результатом является *объемное* распределение частиц по размерам. Различная плотность и отклонение формы частиц от сферической приводят к неточностям в результатах анализов.

Основные расхождения между результатами седиментационных методов и метода ЛД связывают с отклонениями формы частиц от сферической [20, 25, 33]. Стоит учесть, что в последние годы появились приборы, в которых реализованы расчеты по теории Ми для несферических частиц (например, Microtrac Bluewave, США; Mastersizer 3000, Англия). Однако большинство имеющихся на данный момент исследований почв сделано при использовании расчетов для сферических частиц. В таком случае оба метода используют приближение, что частицы имеют форму сферы. Это допущение отражается в результатах противоположным образом: при седиментации размер плоских частиц недооценивается, в то время как в методе ЛД размер плоских или вытянутых частиц будет оценен как более крупный по сравнению со

сферической частицей [38]. Так как объем частиц рассчитывается через диаметр частиц, пропорционально D^3, завышение размера частиц из-за их несферичности приводит значительному увеличению занимаемого объема частиц при расчете [17]. Во всех фракциях, отобранных согласно пипет-методу, присутствовали частицы более крупных фракций, которых теоретически не должно было быть [37]. Микроскопические исследования фракции ила (<2 мкм), отобранной согласно пипет-методу, показали наличие частиц крупнее 2 мкм для частиц каолиновой глины [33]. Аналогичное исследование илистой фракции лёсса со стадией удаления органического вещества (**ОВ**) показали, что диаметр частиц не превышает 2.1 мкм [38]. Даже небольшое наличие слюдистых частиц, имеющих пластинчатую форму, может повлечь за собой значимые изменения в общей кривой распределения частиц по размерам [21]. Из-за высокой неоднородности формы частиц в почве и отсутствия закономерностей ее изменения в зависимости от размера Кэмпбелл видит невозможным прямое использование метода ЛД для почв [17]. Другим ограничением метода ЛД для использования в почвоведении и для подобных почвам объектов называют полидисперсность [27]. Из-за нее сложно подобрать адекватную массу анализируемого образца, что приводит к недоучету частиц, представленных минимальным количеством. Однако данное исследование встретило ответную критику, так как измерения проводились при некорректных условиях проницаемости суспензии [20]. Причиной недоучета частиц может служить наличие порогового значения для фракции частиц, представленных минимальным числом. После прохождения определенного порога происходит учет таких частиц в суммарном распределении. Величина порогового значения зависит от конструкции анализатора [34].

Кроме формы почвенных частиц, различия между результатами методов могут быть связаны с разницей в плотности анализируемых частиц. На рис. 1 в графическом виде показаны основные различия и их причины, наблюдаемые между результатами метода ЛД и пипет-метода. Менее плотные, чем частицы минералов, органо-минеральные частицы имеют преимущественно размеры мелкой и средней пыли и при седиментометрическом анализе попадают во фракцию ила [8]. Частицы ОВ слабой степени разложения (свободные органические частицы) часто соизмеримы с минеральными частицами фракции песка. А также в почвах с большим содержанием свободные органические частицы встречаются в области пыли. Поэтому на рисунке распределение органических частиц показано как бимодальное. После удаления ОВ (окисления свободных органических частиц и разрушения органо-минеральных компонентов) плотность оставшихся минеральных частиц также не является одинаковой, что обуславливает расхождения в результатах методов [9]. Если минералы имеют расширяющуюся решетку, например, как у монтмориллонита, имеющего плотность в сухом состоянии ~2, а в воде ~1 г/см^3, то скорость осаждения таких частиц будет сильно уменьшаться [1]. При сравнении с ситовым методом отмечают увеличение содержания фракции песка в методе ЛД: расхождения между результатами растут с увеличением содержания песка [21]. Для образцов пылеватого и суглинистого состава также показано, что с увеличением доли песка точность метода ЛД падает [31].

Для полноценного использования метода ЛД в почвоведении и на практике необходима адаптация к методу ЛД существующих классификаций ГС (основанных на данных пипет-метода) или разработка новой ЛД классификации [14, 21]. Для чего требуется нахождение связей между различными свойствами почв и распределением частиц по размерам, полученных методом ЛД [19].

Результатом ряда работ по сравнению метода ЛД и пипет-метода являются регрессионные модели, позволяющие осуществить пересчет данных ЛД в данные пипет-метода для определения класса почв по ГС и дальнейшего практического использования результатов. В то же время нахождение единой взаимосвязи между методами для всего распределения бывает затруднено, так как направление и сила связи различаются для отдельных фракций [13, 18, 38]. На примере образцов почв Нижней Саксонии контрастного гранулометрического состава, развитых на четвертичных отложениях (лёссах, флювиогляциальных и других), показаны систематические различия между методами, взаимосвязь была описана линейной регрессией на высоком уровне значимости α равном 0.01 [38]. Также показано, что при определении класса почв по гранулометрическому составу на основе результатов метода ЛД, для 14 из 16 почв происходит изменение класса по сравнению с пипет-методом [38]. Предложено использовать пересчет содержания илистой фракции, полученного с помощью метода ЛД, на основе регрессионных уравнений. Однако калибровка уравнений необходима для каждого набора почв, имеющего сходную минералогию и генезис [44]. Например, коэффициент детерминации для карбонатных почв меньше, чем для некарбонатных [44].

Если для изучаемого типа отложений не выявлено регрессионной зависимости между илом ЛД и илом пипет-метода, то предложено использовать границу илистой фракции в ЛД, равную 8 мкм [25]. Подход обосновывается тем, что “Стоксовская” частица диаметром 2 мкм эквивалентна глинистой пластинке диаметром 7–9 мкм, падающей перпендикулярно, или диаметром 5–6 мкм, падающей ребром. Позднее Керри с соавт. показали, что для

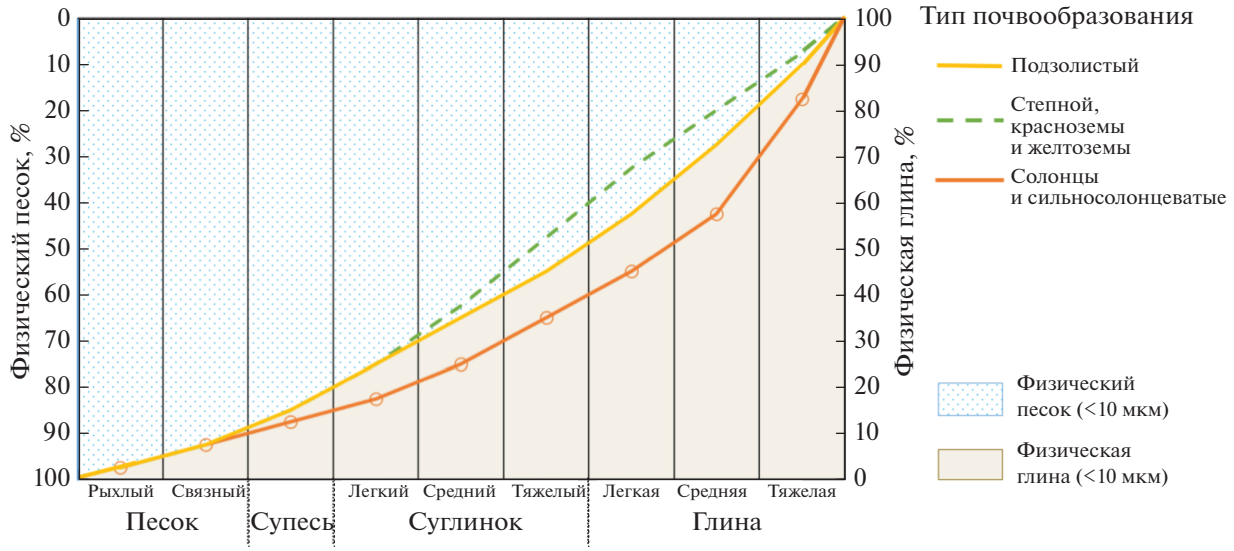

Рис. 2. Классификация почв по гранулометрическому составу Н.А. Качинского. По оси X обозначены классы почв, левая ось Y – содержание физического песка (сумма частиц диаметром >10 мкм), правая ось Y –содержание физической глины (<10 мкм). Линии на графике показывают изменение по классам среднего содержания физических песка и глины, соответствующее типу почвообразования. Закрашенные области графика показывают соотношение между физическими песком и глиной, соответствующее подзолистому типу почвообразования.

почв Англии, развитых на известняках, эта граница слишком завышена [24]. Авторами отмечается нецелесообразность данного подхода, так как методы имеют различную основу и не будут давать аналогичных результатов. Однако, принимая во внимание, что пока лучшее решение не найдено, для исследованных почв подобную границу они видят равной 4 мкм. Другое исследование на широкой выборке верхних горизонтов почв Европы (400 образцов) предлагает границы между илом и пылью, пылью и песком равные 6.6 и 60.3 мкм, соответственно, в случае определения распределения частиц по размерам методом ЛД без удаления ОВ [29]. При удалении ОВ границы между фракциями будут равны 5.8 и 69.2 мкм, соответственно. Кроме того, авторами предложены регрессионные уравнения, основанные на содержании фракций, полученных методом ЛД, с модифицированными границами, и расширенные уравнения – учитывающие кроме содержания гранулометрических фракций базовые физико-химические свойства почв ($pH_{водн}$; содержание органического С, г/кг; содержание $CaCO_3$, г/кг).

Попытка калибровки по отдельным фракциям для пересчета данных ЛД в пипет-метод для определения класса почв по ГС также проведена для почв Бельгии [39]. В 74% случаев после пересчета класс почвы стал совпадать для двух методов, однако для почв с содержанием илистой фракции больше 50% согласованность была слабой (показано на выборке из 104 образцов). Для почв Китая проведена калибровка между данными ЛД и пипет-метода и получены необходимые для пересчета уравнения [42]. Для 71 из 78 исследованных образцов почв (91%) текстурный класс был согласован.

В России общепринятой является классификация почв по ГС, разработанная Качинским [4, 6] (рис. 2). Данная классификация – двухчленная, построена на содержании *физической глины* (частиц, диаметром <10 мкм) (или *физического песка*, частиц >10 мкм) и *типе почвообразования*, согласно которому все почвы делятся на 3 группы – *подзолистый тип*; *степной тип, а также красноземы и желтоземы*; *солонцы и сильно солонцеватые почвы*. Границы между классами в классификации Качинского были выделены аналогично классификации Министерства сельского хозяйства США [36] на основе лабораторного анализа тысяч образцов почв с известным классом по ГС согласно органолептическому полевому определению. Отдельный вопрос вызывает пробоподготовка образцов к гранулометрическому анализу [12]. Классификация Качинского была разработана с кислотно-щелочным методом пробоподготовки к гранулометрическому анализу, в котором отсутствует стадия удаления ОВ. Классификация USDA предполагает стадию удаления ОВ.

Так как в зависимости от физических и физико-химических свойств почв при одном и том же соотношении в них гранулометрических фрак-

ций будут по-разному проявляться механические свойства, Качинским была предпринята попытка детализации классификации почв по ГС в зависимости от *типа почвообразования*. Для *подзолистого типа* характерным является отсутствие у глинистой части гранулометрических элементов каких-либо ярких особенностей. *Солонцеватые* горизонты почв проявляют свойства “тяжелых” почв (низкая водопроницаемость, высокие липкость и вязкость во влажном состоянии; высокая твердость и трещиноватость в сухом) при более низком содержании физической глины. Почвы *степного типа* почвообразования проявляют неблагоприятные в агрономическом смысле свойства при более высоком содержании дисперсной части. Соответственно, границы между классами для степного типа и солонцеватых почв идут выше и ниже границ подзолистого типа (рис. 2). Разница в свойствах между подзолистым типом и солонцеватыми почвами начинает проявляться с супеси, между подзолистым и степными типами – со среднего суглинка. При этом адаптация границ гранулометрических классов в классификации Качинского является более простой задачей по сравнению с любыми другими классификациями, построенными на соотношении всех трех главных фракций гранулометрических элементов – ила, пыли и песка.

Цель данной статьи – рассмотреть пути решения проблемы использования данных метода лазерной дифракции для классификации почв по гранулометрическому составу. Для чего ставились следующие задачи: 1 – оценить воспроизводимость метода ЛД; 2 – установить закономерности различий между результатами метода ЛД и пипет-метода; 3 – оценить влияние стадии удаления ОВ почв на класс почв по гранулометрическому составу; 4 – оценить применимость различных способов пересчета данных метода ЛД в результаты пипет-метода; 5 – рассмотреть и обосновать пути решения разработки и адаптации классификации почв по ГС для метода ЛД.

ОБЪЕКТЫ

Объекты исследования представлены 8 типами почв (всего 32 полных профиля или 315 индивидуальных почвенных образцов) различными по минералогическому составу, текстуре и совокупности элементарных почвообразовательных процессов. Географическое положение объектов, тип землепользования, названия почв и формулы профилей по российским классификациям [2, 10] и Мировой реферативной базе почвенных ресурсов [22] представлены в табл. 1 дополнительных материалов к статье.

МЕТОДЫ

Гранулометрический анализ. Пробоподготовка образцов почв к гранулометрическому анализу методом ЛД проведена на ультразвуковом диспергаторе зондового типа (horntype) Digital Sonifier S-250D (Branson Ultrasonics, США) при энергии ультразвука равной 450 Дж/мл. Калибровка энергии диспергации проведена согласно общепринятой методике [32]. Пробоподготовка к гранулометрическому анализу пипет-методом проведена с помощью 4%-ного пирофосфата натрия и механического воздействия (растирание в пасте резиновым пестиком или обработка ультразвуком) [7]. ГС определен на лазерном дифрактометре Microtrac Bluewave (Microtrac, США) и пипет-методом (Eijkelkamp, Нидерланды; пипетка Качинского, Россия). Методом ЛД образцы были измерены от двух до восьмикратной повторности. Пипет-методом образцы анализировались в одно- и двукратной повторности. Выборка образцов почв для сравнения результатов пипет-метода и ЛД составляла 136 индивидуальных образцов. Также методом ЛД для 210 образцов почв получены распределения почвенных частиц по размерам после окисления ОВ с помощью пероксида водорода (30% H_2O_2, 7 суток при $T = 50°C$; длительность окисления выбрана по окончанию выделения CO_2 из почвенных суспензий). Параметры обработки дифракционной картины: частицы – несферической формы, абсорбирующие (коэффициент абсорбции – 1), индекс рефракции растворителя – 1.33 (дистиллированная вода при $T = 20°C$).

Расчет содержания фракции ила <2 мкм для пипет-метода. Для работы с классификацией USDA требуется содержание частиц ила диаметром <2 мкм и песка >50 мкм. Расчет содержания фракций ила <2 мкм и песка для метода ЛД не представляет трудности, так как выполняется в исходном программном обеспечении (Microtrac Flex, версия 11.0.0.1, США). Поскольку для пипет-метода измерение фракции ила <2 мкм не проводилось, расчет содержания частиц данного размера был проведен через аппроксимацию кумулятивной кривой содержания частиц 1, 5, 10, 50, 250, 1000 мкм. Общий вид кумулятивной кривой ГС схож с кривой основной гидрофизической характеристики (**ОГХ**), поэтому для аппроксимации применялись функции, которыми анализируются кривые ОГХ. В нашем случае для аппроксимации всего массива данных ГС использовались функции Фредлунда и Косуги [26, 41]. На основе полученных параметров функций проводился расчет содержания частиц <2 мкм.

Анализ данных. Математическая обработка данных была выполнена на языке программирования R (версия 3.6.1) в программной оболочке R Studio (версия 1.2.5019). Визуализация данных осуществлялась в пакете ggplot2 (https://

Таблица 1. Уравнения регрессии, использованные для проверки взаимосвязей между методами ЛД и пипет-метода для гранулометрических фракций. Данные уравнения являются основой для тестирования гипотез оптимального способа пересчета содержания фракций, полученных различными методами. *Adj.* R^2 – скорректированный коэффициент детерминации; $^+$ – для нелинейной регрессии *Adj.* R^2 рассчитан между зависимой переменной и спрогнозированными данными. Знаком *** показана значимость коэффициентов на уровне $\alpha = 0.0001$

Фракция	Уравнение регрессии	Коэффициент	Значение	*P*-value	*Adj.* R^2
Ил (<1 мкм)	$\text{ИЛ}_{\text{РАСЧ}} = a\exp\left(-bc^{\text{ИЛ}_{\text{ЛД}}}\right)$	a***	88.06	0.000	0.87^+
		b***	2.66	0.000	
		c***	0.92	0.000	
Пыль (1–50 мкм)	$\text{ПЫЛЬ}_{\text{РАСЧ}} = ae^{\frac{\text{ПЫЛЬ}_{\text{ЛД}}}{b}}$	a***	88.89	0.000	0.88^+
		b***	7.25	0.000	
		b***	0.97	0.000	
Песок (>50 мкм)	$\text{ПЕСОК}_{\text{РАСЧ}} = \dfrac{a}{1+\dfrac{\exp\left(b-\text{ПЕСОК}_{\text{ЛД}}\right)}{c}}$	a***	91.94	0.000	0.91^+
		b***	35.61	0.000	
		c***	13.43	0.000	
Физическая глина (>10 мкм)	$\text{ФГ}_{\text{РАСЧ}} = a\cdot\text{ФГ}_{\text{ЛД}}$	a***	0.97	0.000	0.97
Ил (<2 мкм)	$\text{ИЛ}(<2\ \text{мкм})_{\text{РАСЧ}} = \dfrac{a}{1+\dfrac{\exp\left(b-\text{ИЛ}(<2\ \text{мкм})_{\text{ЛД}}\right)}{c}}$	a***	89.69	0.000	0.87^+
		b***	25.35	0.000	
		c***	10.20	0.000	
Пыль (2–50 мкм)	$\text{ПЫЛЬ}(2\text{–}50\ \text{мкм})_{\text{РАСЧ}} = a\cdot e^{\left(\frac{\text{ПЫЛЬ}(2\text{–}50\ \text{мкм})_{\text{ЛД}}}{b}\right)}$	a***	86.66	0.000	0.87^+
		b***	7.96	0.000	

CRAN.R-project.org/package=ggplot2), RColorBrewer (https://CRAN.R-project.org/package=RColorBrewer), fmsb (https://CRAN.R-project.org/package=fmsb) и soiltexture (https://CRAN.R-project.org/package=soiltexture). Разработка, тестирование и валидация моделей пересчета данных гранулометрических фракций из метода ЛД в пипет-метод осуществлялись с применением пакетов stats (https://CRAN.R-project.org/package=stats), nlme (https://CRAN.R-project.org/package=nlme), drLumi (https://CRAN.R-project.org/package=drLumi), car (https://CRAN.R-project.org/package=car). Аппроксимация анализа ГС пипет-методом для расчета содержания фракции <2 мкм выполнялась в пакете HydroMem (https://CRAN.R-project.org/package=HydroMe). Пересчет в текстурные классы по классификации USDA осуществлялся с применением пакета soiltexture (https://CRAN.R-project.org/package=soiltexture).

РЕЗУЛЬТАТЫ

Воспроизводимость результатов метода ЛД. Расчет пределов воспроизводимости метода был выполнен на 210 образцах почвы, которые измерялись в двух-восьмикратной повторностях. В данной работе не было возможности разделить влияние факторов оператора и времени измерения, поэтому при расчете пределов воспроизводимости метода рассматривается обобщенная дисперсия. Пределы воспроизводимости метода ЛД рассчитаны согласно уравнению (ASTME177-14):

$$r = 1.960\sqrt{2}s_r, \quad (1)$$

где s_r – стандартное отклонение между повторностями измерения одного образца почвы, r – пределы воспроизводимости метода (пределы точности измерения образца почвы, 95% вероятностный интервал отклонения от среднего значения в большую и в меньшую сторону суммарно).

Пределы воспроизводимости метода ЛД различаются для гранулометрическихм фракций. Пределы воспроизводимости измерения содержания фракций были рассчитаны как среднее для всех почвенных образцов: r – пределы воспроизводимости измерения содержания фракции ($m \pm r/2$ – среднее содержание фракции ± пределы воспроизводимости измерения/2, %):

$$r_{<1\ \text{мкм}} = 2.12\%\ (m \pm 1.06\%),$$

$$r_{<2\ \text{мкм}} = 2.00\%\ (m \pm 1.00\%),$$

$$r_{<10\ \text{мкм}} = 2.90\%\ (m \pm 1.45\%),$$

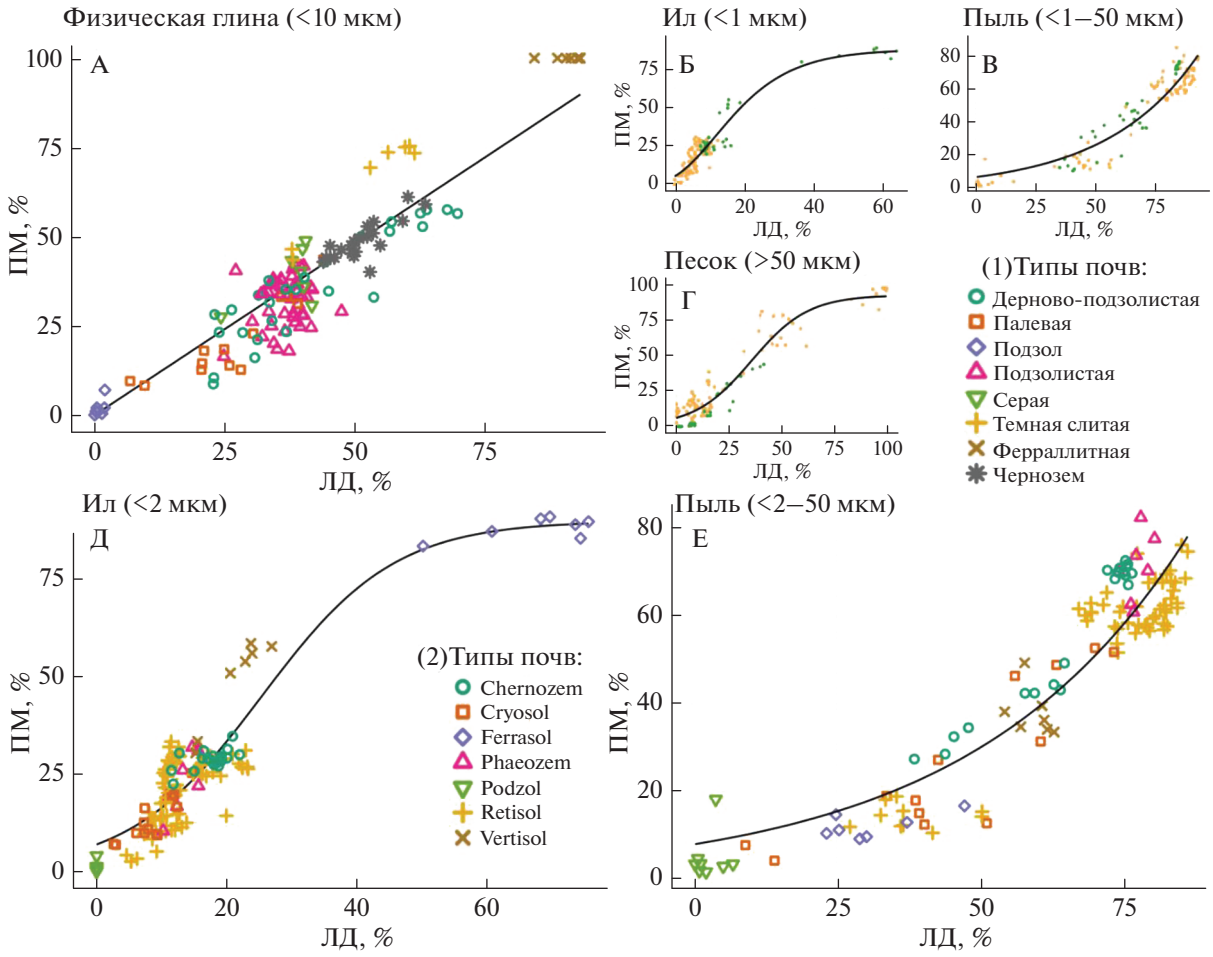

Рис. 3. Графики взаимосвязи между фракциями, полученными методом ЛД (ось X) и пипет-методом (ПМ, ось Y). По классификации Качинского: А – физическая глина (<10 мкм), Б – ил (<1 мкм), В – пыль (1–50 мкм), Г– песок (50–1000 мкм)). По классификации USDA: Д – ил (<2 мкм), Е – пыль (2–50 мкм); (1) – легенда типов почв для частей рисунка А–Г, (2) – легенда типов почв для частей рисунка Д и Е. Линии обозначают функции регрессии в зависимости от типа почвообразования. Затененная область вокруг линий показывает стандартную ошибку среднего. Всего образцов – 136.

$$r_{<2-50\ \text{мкм}} = 2.68\%\ \ (m \pm 1.34\%),$$

$$r_{>50\ \text{мкм}} = 2.58\%\ \ (m \pm 1.29\%).$$

Взаимосвязь между результатами метода ЛД и пипет-метода. Между содержаниями гранулометрических фракций (ил, пыль, песок), измеренных методами ЛД и пипет-методом, наблюдаются нелинейные взаимосвязи. Содержание ила (<1 и <2 мкм) и песка (>50 мкм), измеренного двумя методами, хорошо описывается функцией экспоненциального распределения (табл. 1, рис. 3, Б, Г, Д соответственно). Для функции экспоненциального распределения характерно наличие двух участков – линейного и участка выхода функции на плато. Линейный участок свидетельствует о том, что до определенного значения функции (в нашем случае – содержания фракции по пипет-методу), данные имеют фиксированную различия между методами:

– содержание ила (<1 мкм) по методу ЛД в 2.8 раз меньше, чем по пипет-методу,

– содержание ила (<2 мкм) по методу ЛД в 1.7 раз меньше, чем по пипет-методу,

– содержание песка (>50 мкм) по методу ЛД в 1.3 раз меньше, чем по пипет-методу.

После линейного участка функция выходит на плато и, несмотря на изменения значений переменной (в нашем случае – содержания фракции по методу ЛД), значения функции остаются постоянными (в нашем случае – содержания фракции по методу пипет-методу). Выход на плато наблюдается для:

– содержания ила (<1 мкм) по пипет-методу в значении 34% по методу ЛД,

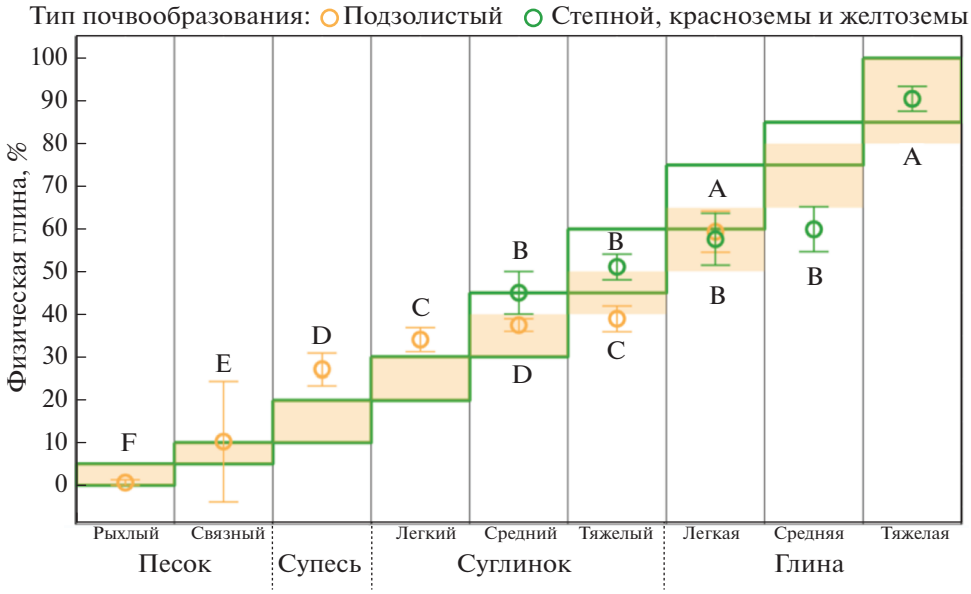

Рис. 4. Применение данных ЛД при оценке почв по классификации Качинского. По оси X и прямоугольниками показаны текстурные классы в зависимости от типа почвообразования – подзолистый и степной, красноземы и желтоземы по классификации Качинского. Образцы почв объединены в классы согласно данным пипет-метода. Коробочка с усиками показывает среднее ± ошибка среднего (%) согласно методу ЛД для образцов почв, сгруппированных по классам согласно данным пипет-метода. Буквами обозначена наименьшая существенная разница между классами (при $\alpha = 0.05$).

– содержание ила (<2 мкм) по пипет-методу в значении 53% по методу ЛД,

– содержание песка (>50 мкм) по пипет-методу в значении 72% по методу ЛД.

Содержание пыли (1–50 и 2–50 мкм), измеренное методом ЛД и пипет-методом, имеет вид функции экспоненциального роста (рис. 3, B и E соответственно). Функцию экспоненциального роста схематично можно разделить на 2 линейных участка, которые различаются по величине изменения функции на единицу переменной. Граница между такими линейными участками расположена в значениях переменной равных ~39 и 38% соответственно. В диапазоне значений содержания пыли по ЛД до 39/38% содержание по пипет-методу меньше в ~2.2/2.3 раза, в диапазоне значений от 39/38 до 100% – меньше на ~30%.

Между содержанием физической глины, измеренным методом ЛД и пипет-методом, имеется линейная взаимосвязь с параметром 0.97, то есть по методу ЛД содержания физической глины всего в 1.03 раза меньше, чем по методу пипет-методу (рис. 3, A). Использование содержания физической глины по методу ЛД показывает систематические отклонения при определении текстурного класса по классификации Качинского (рис. 4). Для подзолистого типа почвообразования из семи рассмотренных текстурных классов 5 попадают в указанные диапазоны содержания физической глины: песок рыхлый и связный, средний и тяжелый суглинок, глина легкая. Классы супесь и легкий суглинок по содержанию физической глины по методу ЛД на 10% превышают границы текстурных классов, определенных для пипет-метода. Статистические различия между классами средний и тяжелый суглинок отсутствуют (F-значение = 102.4, p-значение = 0.000). Для степного типа почвообразования из 5 исследуемых классов для класса “глина средняя” данные метода ЛД полностью выходят за границы классификации и данные еще одного класс находятся на границе класса – среднее значение класса глина легкая находится ниже нижней границы диапазона содержания физической глины. Отсутствуют статистические различия между классами легкая и средняя глина (F-значение = 98.36, p-значение = 0.000).

В зависимости от фракции наблюдаются различные тенденции взаимосвязи между методами измерения ГС почв. Для ила <1 и <2 мкм и песка >50 мкм в области низких и средних значений содержаний фракции (от 0 до 34, 53 и 72%, соответственно) метод ЛД в 2.81, 1.66 и 1.28 раза менее чувствителен, чем пипет-метод. В то же время при достижении содержания фракции более порогового значения (34, 53 и 72% для ила <1 и <2 мкм и песка >50 мкм) пипет-метод полностью теряет чувствительность. В области пыли (1–50 и 2–50 мкм) метод ЛД на всем диапазоне значений фракции показывает большую чувствительность, чем пипет-метод. Для измерения содержания физической глины нет существенных различий в чув-

Таблица 2. Проверка типа взаимосвязи между содержанием ила (<1 мкм) по методу ЛД и пипет-методу. $R^2_{(расч.-эксп.)}$ – коэффициент детерминации между экспериментальными и расчетными данными, *AIC* – критерий Акаике, *BIC* – байесовский информационный критерий, Кв. сум. ост. – квадрат суммы остатков

Функция	$R^2_{(расч.эксп.)}$	*AIC*	*BIC*	Кв. сум. ост.	*F*-значение	*p*-значение
Линейная	0.85	923	932	6746.6		
Логистическая	0.87	911	923	6082.4	14.525	0.0002107

ствительности между методами. Для данных метода ЛД содержание физической глины как индикатор текстурной принадлежности эффективен, то есть показывает различия между текстурными классами для почв подзолистого типа почвообразования в ~70% (для двух классов из семи среднее содержание физической глины по ЛД не попадает в рамки текстурных классов согласно пипет-методу), для степного в ~80% (один класс из пяти) (рис. 4).

Пересчет данных метода ЛД в данные пипет-метода (классификация Качинского). Прямое применение классификации Качинского к данным ЛД приводит в 43% случаев к ошибкам в градации почв по ГС. Результат является неудовлетворительным, и можно сделать заключение, что разработанная для пипет-метода классификация ГС не может напрямую применятся для данных ЛД метода. Выбор оптимального способа пересчета данных метода ЛД в данные пипет-метода для использования классификации Качинского требует постановки и проверки ряда гипотез.

Гипотеза 1: между содержанием физической глины, определенным пипет-методом и ЛД, имеется фиксированная разница, которая не зависит от количества фракции. Учет данной разницы позволит провести корректный пересчет ЛД данных.

Для проверки гипотезы использована линейная функция:

$$ФГ_{РАСЧ} = a + bФГ_{ЛД}, \quad (2)$$

где $ФГ_{РАСЧ}$ – содержание физической глины, полученное пипет-методом (%), $ФГ_{ЛД}$ – содержание физической глины, полученное методом ЛД (%), *a*, *b* – параметры пересчета между методами.

Коэффициент детерминации R^2 равен 0.97 (*p*-значение = 0.000), следовательно, взаимосвязь между содержанием физической глины, измеренной пипет-методом и ЛД, линейна. После пересчета ошибка составляет 39% (вероятность успеха – 61%), но остается крайне высокой.

Гипотеза 2: поскольку фракция физической глины состоит из фракций ила, мелкой пыли и средней пыли, каждая фракция имеет свою ошибку аппроксимации. Учет ошибок в каждой фракции позволит провести более точный пересчет данных ЛД.

Анализ данных показал, что взаимосвязь между содержанием ила по методу ЛД и пипет-методу не линейна (табл. 2). Наиболее точно данные описываются функцией Гомперца (между экспериментальными и расчетными данными $R^2 = 0.89$) (уравнение (3)). Содержания мелкой и средней пыли, полученные двумя методами, описываются линейными функциями ($R^2 = 0.64$, $p = 0.000$, и $R^2 = 0.74$, $p = 0.000$, соответственно) (уравнения (4) и (5)). Содержание физической глины определялось как сумма рассчитанного содержания фракций ила, мелкой и средней пыли (уравнение (6)).

$$ИЛ_{РАСЧ} = a * \exp(-b \cdot c \wedge ИЛ_{ЛД}), \quad (3)$$

$$МП_{РАСЧ} = d + e \cdot МП_{ЛД}, \quad (4)$$

$$СрП_{РАСЧ} = f + g \cdot СрП_{ЛД}, \quad (5)$$

$$ФГ_{РАСЧ} = ИЛ_{РАСЧ} + МП_{РАСЧ} + СрП_{РАСЧ}, \quad (6)$$

где $ИЛ_{РАСЧ}$ – содержание ила пипет-методом (%), $МП_{РАСЧ}$ – содержание мелкой пыли пипет-методом (%), $СрП_{РАСЧ}$ – содержание средней пыли пипет-методом (%), $ИЛ_{ЛД}$ – содержание ила методом ЛД (%), $МП_{ЛД}$ – содержание мелкой пыли методом ЛД (%), $СрП_{ЛД}$ – содержание средней пыли методом ЛД (%), *a* – асимптота функции содержания ила, *b*, *d*, *f* – значение функций при значении нулевом переменной, *c*, *e*, *g* – параметры функций.

Несмотря на то, что для каждой фракции была подобрана собственная функция, которая хорошо описывает данные, в конечном итоге суммарная ошибка пересчета была незначительно ниже, чем при прямом пересчете, и составляла 37.5% (вероятность успеха 62.5%). Создание более подробной модели позволило учесть нелинейность взаимосвязи в содержании ила и линейность взаимосвязей в содержании мелкой и средней пыли, измеренных методом ЛД и пипет-методом.

Гипотеза 3: ЛД и пипет-метод по-разному учитывают частицы органической природы, а также необходим учет межлабораторной ошибки. Органические и органо-минеральные частицы, менее плотные по сравнению с частицами минералов, медленно оседают, и при измерении пипет-методом относятся к частицам меньшего диаметра. В то же время при измерении методом ЛД может происходить завышение диаметра частиц за счет

Таблица 3. Точность (вероятность определения правильного значения, %) определения текстурного класса почв по классификации Качинского. Пр – песок рыхлый, Псв – песок связный, С – супесь, Сл – суглинок легкий, Сср – суглинок средний, Ст – суглинок тяжелый, Гл – глина легкая, Гср – глина средняя, Гт – глина тяжелая. Для столбцов с текстурными классами красным цветом показаны минимальные значения, зеленым – максимальные. В итоговом столбце "Точность определения" от светлого к темному показано увеличение значений вероятности определения правильного текстурного класса на основе используемых моделей

Модели пересчета	Классы почв по ГС (классификация Качинского)									Точность определения
	Пр	Псв	С	Сл	Сср	Ст	Гл	Гср	Гт	
Без пересчета	100	50	0	23	73	59	71	0	100	57
Гипотеза 1	100	0	33	36	85	56	50	0	100	61
Гипотеза 2	86	50	42	64	83	37	50	0	100	63
Гипотеза 3	100	33	44	64	85	52	71	50	100	70

усреднения размера для несферических частиц – вытянутых в одном из направлений или имеющих изрезанную форму, что может быть особенно характерно для органических и органоминеральных частиц. Высокий вклад в общую дисперсию вносит межлабораторная дисперсия. Таким образом, учет влияния содержания общего углерода и межлабораторной дисперсии позволит корректно провести пересчет.

Аппроксимация данных осуществлялась методом множественной нелинейной регрессии со случайным эффектом. За основу были взяты уравнения (3), (4), (5) с включением содержания общего углерода в виде линейной переменой. В качестве случайного эффекта был выбран фактор лаборатории, в которой проводились измерения ГС пипет-методом. Качество аппроксимации существенно улучшилось – между экспериментальными и расчетными данными R^2 равен 0.97 (уравнение (7)).

$$\text{ФГ}_{\text{РАСЧ}} = a \cdot \exp\left(-b \cdot c^{\text{ИЛ}_{\text{ЛД}}}\right) + d \cdot \text{МП}_{\text{ЛД}} + e \cdot \text{СрП}_{\text{ЛД}} + f \cdot C + g + \mu_W, \quad (7)$$

где $\text{ФГ}_{\text{ПМ}}$ – содержание физической глины, полученное пипет-методом (%), $\text{ИЛ}_{\text{ЛД}}$ – содержание ила методом ЛД (%), $\text{МП}_{\text{ЛД}}$ – содержание мелкой пыли методом ЛД (%), $\text{СрП}_{\text{ЛД}}$ – содержание средней пыли методом ЛД (%), C – содержание общего углерода (%), a – асимптота функции содержания ила, b, g – значение функций в точке пересечения с осью X, c, d, e, f – параметры функций, μ_W – переменная случайного эффекта.

Вместе с тем, более чем на 6% снизилась вероятность ошибки при определении текстурного класса, и итоговая ошибка составила 29.7% (вероятность успеха 70.3%).

Таким образом, усложнение модели, введение новых переменных и учет влияния межлабораторной ошибки позволяют правильно определить текстурный класс по классификации Качинского при использовании данных ЛД метода максимум в 70.3% случаев (табл. 3).

Пересчет данных ЛД в классификацию USDA. Прямое применение классификации USDA на данных ЛД дает ошибку пересчета 65.3% (вероятность успеха 34.7%). Основное отличие пересчета ЛД данных для классификации USDA от пересчета для классификации Качинского состоит в необходимости использования гранулометрических двух фракций (ила и песка) вместо одной (физическая глина или физический песок). Для классификации USDA содержание фракции ила <2 мкм измеряется пипет-методом, содержание фракции песка >50 мкм – методом мокрого просеивания на сите. Следовательно, успешное определение текстурного класса на основе данных ЛД метода требует решения 2 задач:

– для ила – пересчет ЛД данных в данные пипет-метода,

– для песка – пересчет ЛД данных в данные мокрого просеивания на сите.

Для изучения проблемы пересчета были поставлены несколько гипотез с учетом опыта обработки данных для пересчета по классификации Качинского.

Гипотеза 4: пересчет требуется только для содержания ила, содержание песка не требует пересчета. Содержание ила, измеренное различными методами, связано нелинейно, следовательно, не имеет фиксированной разницы по всему диапазону значений.

Проверка качества аппроксимации подтвердила нелинейность взаимосвязи ила (<2 мкм), измеренного методом ЛД и пипет-методом (табл. 4).

Для аппроксимации содержания ила была выбрана логистическая функция (уравнение (8)). Для определения текстурного класса использовано содержание песка, полученное методом ЛД (уравнение (9)). Содержание пыли рассчитано по разнице

Таблица 4. Проверка типа взаимосвязи между содержанием ила (<2 мкм) по методу ЛД и пипет-методу. $R^2_{(\text{расч.-эксп.})}$ – коэффициент детерминации между экспериментальными и расчетными данными, *AIC* – критерий Акаике, *BIC* – байесовский информационный критерий, Кв. сум. ост. – квадрат суммы остатков

Функция	$R^2_{(\text{расч.эксп.})}$	*AIC*	*BIC*	Кв. сум. ост.	*F*-значение	*p*-значение
Линейная функция	0.88	902	911	11678.3		
Логистическая функция	0.91	868	879	8651.2	41.289	2.888e-09

между 100% и содержанием фракций ила и песка (уравнение (10)).

$$\text{ИЛ}(<2\ \text{мкм})_{\text{РАСЧ}} = \frac{a}{1+\frac{\exp\left(b-\text{ИЛ}(<2\ \text{мкм})_{\text{ЛД}}\right)}{c}}, \quad (8)$$

$$\text{ПЕСОК}_{\text{РАСЧ}} = \text{ПЕСОК}_{\text{ЛД}}, \quad (9)$$

$$\text{ПЫЛЬ}_{\text{РАСЧ}} = 100 - \text{ИЛ}(<2\ \text{мкм})_{\text{РАСЧ}} - \text{ПЕСОК}_{\text{РАСЧ}}, \quad (10)$$

где a – асимптота функции содержания ила, b – параметр перегиба кривой (значение X при значении функции $a/2$), c – параметр функции.

Расчетные и экспериментальные данные пипет-метода для содержания ила (<2 мкм) имеют $R^2 = 0.87$. Содержание песка по данным ЛД и пипет-метода имеют $R^2 = 0.88$. Использованный способ пересчета увеличивает вероятность попадания в нужный текстурный класс почти в 2 раза до 63.6%.

Гипотеза 5: учет содержания $C_{\text{общ}}$ и межлабораторной ошибки поможет повысить точность пересчета содержания ила (<2 мкм) из данных ЛД в данные пипет-метода. Для аппроксимации содержания ила использовано уравнение (8) с добавлением линейной функции содержания $C_{\text{общ}}$ и применением случайного эффекта межлабораторной ошибки.

$$\text{ИЛ}(<2\ \text{мкм})_{\text{РАСЧ}} = \frac{a}{1+\frac{\exp\left(b-\text{ИЛ}(<2\ \text{мкм})_{\text{ЛД}}\right)}{c}} + dC + e + \mu_W, \quad (11)$$

где d – параметр переменной C, e – значение функции при нулевом значении переменной, μ_W – переменная случайного эффекта.

Между расчетными и экспериментальными данными содержания ила (<2 мкм) $R^2 = 0.94$. Добавление новых переменных привело к увеличению точности определения текстурного класса на 4 до 67.6%. Усложнение функции аппроксимации за счет введения переменной $C_{\text{общ}}$ и учета межлабораторной ошибки эффективно.

Таким образом наилучший результат определения текстурного класса после пересчета равен 67.6%, которого можно добиться через уточнение модели пересчета содержания ила.

Гипотеза 6: использование оптимального уравнения пересчета содержания песка из данных ЛД в пипет-метод позволит повысить точность определения текстурного класса. Содержание ила было рассчитано по уравнению (11). Для расчета содержания песка выбрана оптимальная модель аппроксимации. Лучше всего данные описывались логистической функцией (уравнение (12)). Содержание пыли рассчитано по уравнению (10).

$$\text{ПЕСОК}_{\text{РАСЧ}} = \frac{a}{1+\frac{\exp\left(b-\text{ПЕСОК}_{\text{ЛД}}\right)}{c}}, \quad (12)$$

где a – асимптота функции содержания песка, b – параметр перегиба кривой (значение X при значении функции $a/2$), c – параметр функции.

Коэффициент регрессии между расчетными и экспериментальными данными песка R^2 равен 0.91. Вероятность попадания в нужный текстурный класс при использовании рассчитанных содержаний песка и ила, измеренных методом ЛД, равна 66.7%. Это на 0.9% ниже, чем при использовании исходных данных песка по методу ЛД и пересчитанного содержания ила (гипотеза 6). Следовательно, использование содержания песка, рассчитанного по уравнению (12), не улучшает качества определения текстурного класса почв.

Гипотеза 7: учет содержания $C_{\text{общ}}$ и межлабораторной ошибки поможет повысить точность пересчета содержания песка из данных ЛД метода в данные пипет-метода. Для пересчета содержания песка из данных ЛД метода в данные пипет-метода за основу было взято уравнение (12) с введением линейной функции содержания $C_{\text{общ}}$ и случайного эффекта межлабораторной ошибки. Содержание ила (<2 мкм) рассчитано по уравнению (11), содержание пыли – по уравнению (10).

$$\text{ПЕСОК}_{\text{РАСЧ}} = \frac{a}{1+\frac{\exp\left(b-\text{ПЕСОК}_{\text{ЛД}}\right)}{c}} + dC + \mu_W, \quad (13)$$

Таблица 5. Точность (вероятность определения правильного значения, %) определения текстурного класса почв по классификации USDA. C – clay, SIC – silty clay, SC – sandy clay, CL – clay loam, SICL – silty clay loam, SCL – sandy clay loam, L – loam, SIL – silty loam, SL – sandy loam, SI – silt, LS – loamy sand, S – sand. Отс. – данные отсутствуют. Для столбцов с текстурными классами красным цветом показаны минимальные значения, зеленым – максимальные. В итоговом столбце "Точность определения" от светлого к темному показано увеличение значений вероятности определения правильного текстурного класса на основе используемых моделей

Модели пересчета	Классы почв по ГС (классификация USDA)										Точность определения
	C	CL	SICL	SCL	L	SIL	SL	SI	LS	S	
Без пересчета	50	0	0	0	17	66	38	0	0	88	35
Гипотеза 4	58	57	39	57	67	76	100	0	67	88	64
Гипотеза 5	83	86	45	отс.	67	66	100	0	100	100	68
Гипотеза 6	100	57	42	отс.	33	76	100	0	0	100	67
Гипотеза 7	92	43	35	отс.	67	76	100	0	0	100	65

где d – параметр функции, e – параметр значение функции при нулевом значении переменной, μ_W – переменная случайного эффекта.

Между расчетными и экспериментальными данными содержания песка по пипет-методу R^2 равен 0.96. Не смотря на лучшее соответствие усложненной модели экспериментальным данным, вероятность правильного определения текстурного класса снижается до 64.9% (на 1.8% с использованием данных ЛД содержания песка).

Самым эффективным способом использования данных метода ЛД для определения текстурного класса по классификации USDA является пересчет содержания ила (<2 мкм) согласно Уравнению 10 и использование исходного содержания песка, полученного методом ЛД (табл. 5). Такой подход снижает ошибку до 32.4%.

Гранулометрический состав после окисления ОВ (данные метода ЛД). Окисление ОВ почв приводит к уменьшению содержания физической глины на 4.0% в горизонте PY дерново-подзолистой почвы, 14.5% в горизонте А чернозема, 9.7% в горизонте Ai' вертисоли и увеличению содержания физической глины на 29.6% в горизонте А ферраллитной почве (рис. 5). В результате чего происходит смена градаций в 54.3% (совпадение только в 45.3% случаев) и в 4% (совпадение классов после окисления ОВ в 96%) случаев по классификациям Качинского и USDA, соответственно (рис. 6). В образцах агродерново-подзолистой почвы, чернозема и вертисоли окисление ОВ приводит к облегчению ГС на одну позицию. Особо значимы изменения для образцов чернозема, весь профиль которого без стадии удаления ОВ классифицировался как тяжелый суглинок, после удаления – как средний суглинок. Удаление ОВ в образцах гумусо-аккумулятивной части профиля ферраллитной почвы приводит к обратному эффекту – после удаления ОВ происходит утяжеление ГС на две градации (глина легкая переходит в глину тяжелую).

Так как классификация USDA основана на количественном соотношении трех фракций, были основания предполагать, что она будет более чувствительна по сравнению с классификацией Качинского к удалению ОВ перед гранулометрическим анализом. Однако для исследованных почв, категория согласно классификации USDA изменилась только для нескольких образцов ферраллитной почвы.

Различная реакция классификаций на стадию удаления ОВ объясняется спецификой распределения ОВ по гранулометрическим элементам. В гумусово-аккумулятивных горизонтах агродерново-подзолистой почвы, чернозема, вертисоли происходит окисление свободных органических частиц размерами ~0.5–9.25, ~0.9–7 и ~88–250, ~0.4–4.62 и ~60–300 мкм соответственно (рис. 6, А, Б и В соответственно). Что приводит к относительному увеличению количества частиц размером с фракцию крупной пыли (10–50 мкм). В горизонте $A1_1$ ферраллитной почвы окисление приводит к разрушению органоминеральных связей в частицах с преимущественными диаметрами около 5, 20 и 210 мкм (рис. 6, Г). При этом наблюдается значительный выход частиц размерами <1 мкм (с преимущественным диаметром ~0.2 мкм).

В нижележащих горизонтах для агродерново-подзолистой почвы характерны аналогичные горизонту P1 изменения после окисления ОВ. То же самое – для чернозема, за исключением того, что с глубины 20 см и ниже по профилю отсутствуют органические частицы размером ~88–250 мкм. Для нижележащих горизонтов вертисоли характерны аналогичные горизонту А закономерности за исключением горизонта Ai', в котором отсутствуют органические частицы в диапазоне 60–300 мкм.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Пределы воспроизводимости пипет-метода составляют от 0.5 до 10% в зависимости от фрак-

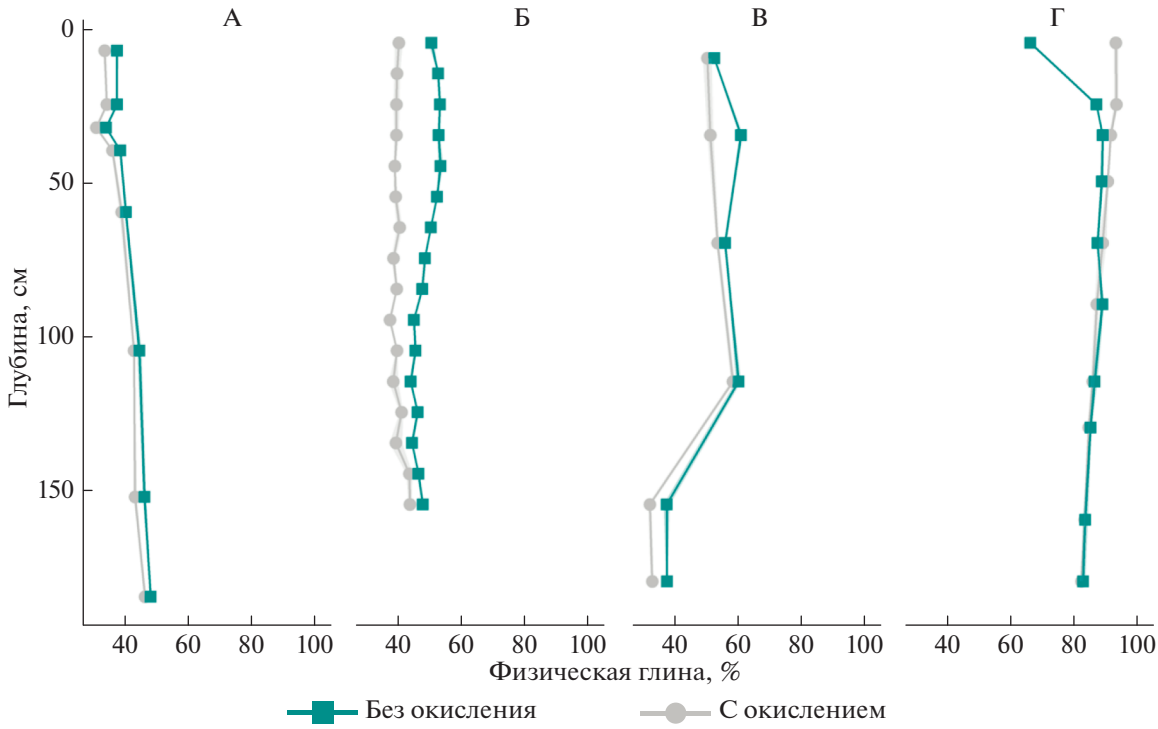

Рис. 5. Профильное распределение содержания физической глины (сумма частиц <10 мкм), полученное методом ЛД после УЗ диспергации с и без предварительной стадии окисления ОВ для: А – агродерново-слабоподзолистой почвы (EAR1), Б – чернозема миграционно-мицеллярного (HP1), В – темной слитой почвы (GVGG), Г – ферраллитной (F).

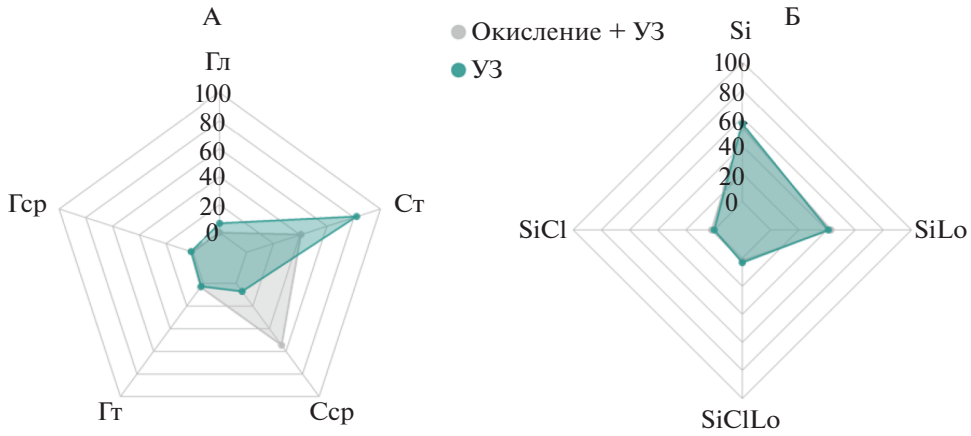

Рис. 6. Смена класса по гранулометрическому составу после окисления ОВ: А – классификация Качинского, Б – классификация USDA. Круговая диаграмма отражает количество образцов (%) по классам.

ции (например, [43]). Высокая погрешность обусловлена во многом влиянием оператора. На этапе измерений ошибки обусловлены точностью измерения плотности твердой фазы почв, соблюдением концентрации частиц в суспензии, тщательностью взбалтывания суспензии в цилиндре, постоянством температуры воды на протяжении всего измерения, а также аккуратностью и опытом пользователя.

Определение ГС методом ЛД предусматривает минимизацию влияния оператора на результаты анализа. Пробоподготовка предусматривает ультразвуковую диспергацию образца почвы, выходная энергия диспергатора должна быть предварительно калиброва согласно общепринятой методике [32]. Измерение и расшифровка дифракционной картины автоматизированы. Пределы воспроизводимости метода ЛД

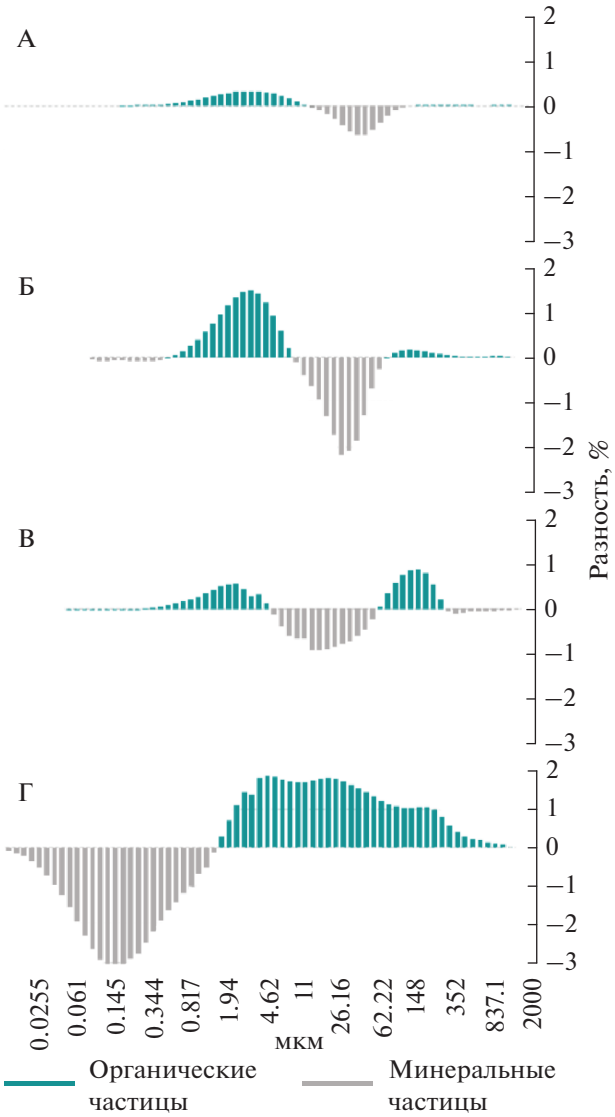

Рис. 7. Локализация частиц органической (положительные значения по оси Y) и минеральной (отрицательные значения) природы в распределении элементарных почвенных частиц по размерам гумусовых горизонтов почв: А – агродерново-слабоподзолистой почвы (EAR1), Б – чернозема миграционно-мицеллярного (HP1), В – темной слитой почвы (GVGG), Г – ферраллитной (F). По оси X отображен размер частиц (мкм), по оси Y – разность (%) между дифференциальными распределениями частиц по размерам, полученными методом ЛД после диспергации почвенных суспензий УЗ без и с предварительной стадией окисления ОВ.

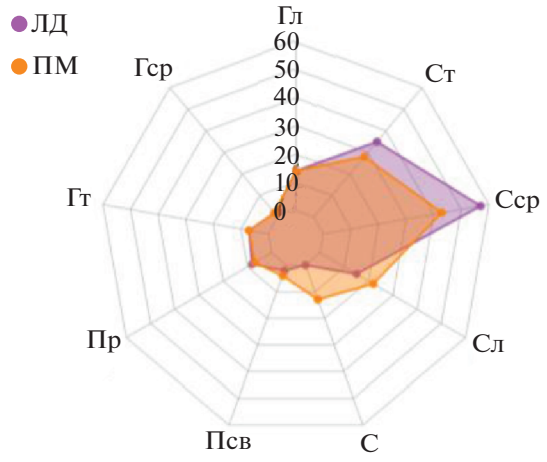

Рис. 8. Смена градации по классификации Качинского в зависимости от используемого метода – лазерной дифракции (ЛД) или пипет-метода (ПМ).

по фракциям по нашим данным приблизительно одинакова и не превышает ±1.5%, несмотря на полидисперсность почвенных образцов и малую величину пробы. Пределы воспроизводимости не изменяется при увеличении количества повторностей. Для проверки качества полученных данных рекомендуется проводить на одном образце измерения в двухкратной повторности с промежутком по времени (около суток). В случае попадания значений в указанный выше интервал, можно считать, что полученные данные являются корректными и достоверно характеризуют объект.

Существует 4 подхода к решению проблемы применения классификации почв по ГС к данным ЛД (рис. 9). Первый путь предполагает пересчет данных ЛД в данные пипет-метода и использование существующих классификаций, и на текущий момент дает неудовлетворительный результат. Прямое применение имеющихся классификаций почв по ГС (классификации Качинского и USDA) для данных ЛД метода приводит в 43.0 и 65.3%, соответственно, к ошибкам при определении текстурного класса. Использование математических моделей для пересчета данных ЛД снижает ошибку до 29.7 и 32.4%. Несмотря на сложность моделей, включающих дополнительные факторы (нелинейность взаимосвязей, содержание $C_{общ}$, учет межлабораторной ошибки), точность определения правильного текстурного класса является крайне низкой. Аналогичные результаты были получены другими работами [29, 39]. Качественное улучшение подхода трудоемко и требует применения более массивного математического аппарата для анализа данных. Можно сделать предположение, что такой подход является тупиковым.

Второй путь предполагает адаптацию имеющихся классификаций с учетом взаимосвязей между результатами метода ЛД и пипет-метода. Результаты многочисленных работ по сравнению методов, основанных на явлении седиментации, и метода ЛД показывают, что универсальных взаимосвязей между двумя методами не существует. Поскольку измерение гранулометрического состава методом ЛД максимально стандартизирова-

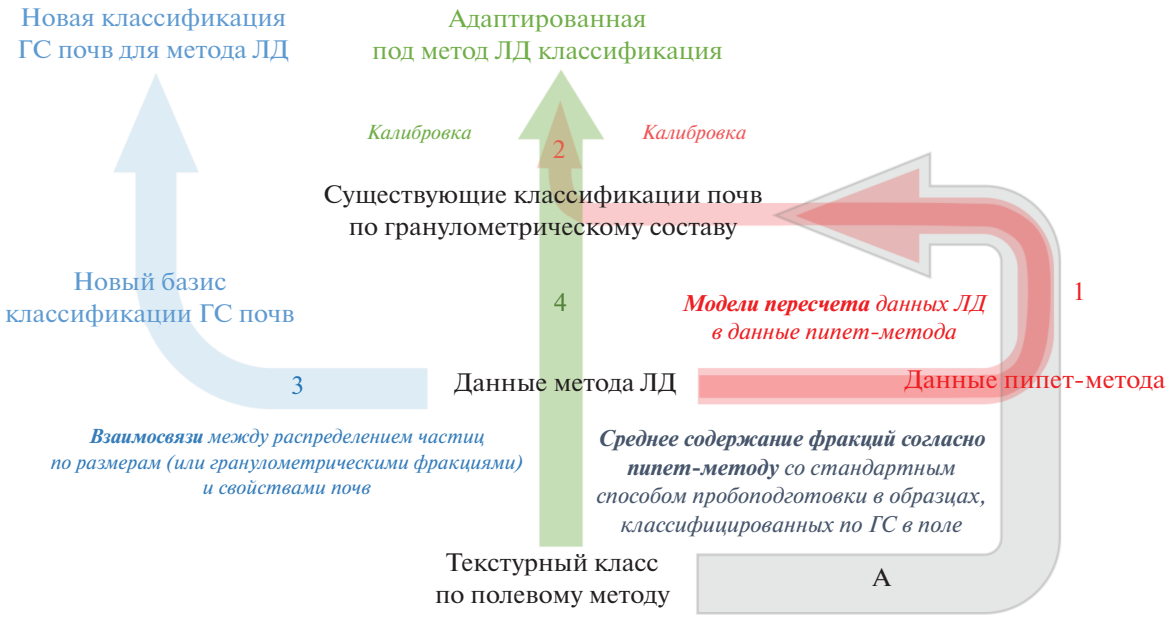

Рис. 9. Проблема разработки классификации почв по ГС для метода ЛД: стрелками и цифрами показаны пути разработки имеющихся классификаций (А) и решения проблемы (1–4); *курсивом* даны пояснения к ним; А – путь разработки существующих классификаций (классификаций Качинского, USDA и др.), 1 и 2 – пути через данные пипет-метода, 3 – разработка собственной классификации под метод ЛД, 4 – наиболее короткий и прямой путь адаптации существующих классификаций.

но, а сама методика измерений предполагает минимальное влияние оператора на конечный результат, низкая точность пересчета, вероятно, обоснована влиянием большого числа неучтенных факторов при измерении пипет-методом, например, пробоподготовка образцов, измерение и учет плотности твердой фазы почвы, различное влияние формы частиц, опыт оператора и т. д. Кроме того, методы пробоподготовки, лежащие в основе разработки старой классификации и применяемые сейчас различаются. Нами также показано, что в области ГС для почв подзолистого типа почвообразования – от супеси до суглинка тяжелого и для почв степного типа – от суглинка среднего до глины средней границы между классами почв пересекаются, если при анализе результатов метода ЛД опираться на границы текстурных классов почв согласно пипет-методу (рис. 4). Как итог, подобный путь имеет такие же проблемы, как и первый подход, но при этом добавляются сложности с интерпретацией результатов.

Третий подход предлагает разработку новой классификации непосредственно под метод ЛД. Вероятно, это требует: 1 – параметризации непрерывной кривой распределения первичных частиц, получаемой в методе ЛД; 2 – нахождения взаимосвязей между параметрами и свойствами, отвечающих за физико-механическое и гидрофизическое поведение почв и, как следствие, 3 – определения базиса новой классификации и, собственно, 4 – категоризации почв на классы по гранулометрическому составу. Такой путь требует вложения больших средств и усилий. Однако ГС – базовое свойство, которое фигурирует в широком ряде нормативов и стандартов. Таким образом, разработка совершенно новой классификации с нуля поможет полностью закрыть вопросы, связанные с применением текущих классификаций. Однако такой подход, вероятно, будет являться не самым эффективным способом решения проблемы, так как потребует изменения всех стандартных практик, что сильно затруднит внедрение новой классификации. Данный путь потребует взаимодействия между всеми государственными и частными структурами, связанными с использованием земель, и в идеальном случае, должен использоваться в случае установления конкретных механизмов регулирования и управления почвенными ресурсами.

Четвертый подход подразумевает калибровку существующих классификаций (Качинского, USDA, WRB и др.) непосредственно на основе определения ГС методом ЛД образцов почв, для которых определен текстурный класс полевым методом. Что позволит при успешном разделении выборки почв на кластеры по ГС получить те же текстурные классы, которые используются в существующих классификациях почв (классификация почв России, СССР, WRB, Keys to Soil Taxonomy и др.)

и на практике. Данный подход позволит решить проблемы использования методов без изменения традиционных представлений о гранулометрическом составе почв и не требует существенных финансовых вложений. По мнению авторов, данный путь является самым простым и эффективным.

Полевое определение ГС отражает механическое поведение образцов почв, содержащих различного типа ОВ, оксиды и гидроксиды, и другие компоненты, лабильные относительно минеральной фазы почв. В последние годы можно встретить работы, направленные на изучение и учет структурной организации почв и опирающиеся на разделение частиц почвы до первичных органо-минеральных комплексов только со стадией физической диспергации ультразвуком [35]. Показано, что при содержании С менее 2 г на 100 г минералов ОВ не оказывает значимого эффекта на содержание илистой фракции, получаемой ареометрическим методом [23]. Для образцов почв и отложений, содержащих менее 1% С, предварительная обработка образцов с помощью H_2O_2 также не оказывает значимого влияния на распределение частиц по размерам, получаемое с помощью метода ЛД [16]. Выше этого порога происходит завышение содержания илистой фракции (<2 мкм). Без стадии удаления ОВ количество фракции пыли (2–50 мкм) больше, чем после применения стадии окисления. Нами показано, что чувствительность классификации к стадии удаления ОВ перед гранулометрическим анализом будет зависеть от количества, типа и локализации ОВ в распределении частиц по размерам (рис. 7). Классификация Качинского более чувствительна к окислению ОВ по сравнению с классификацией USDA и другими трехкомпонентными классификациями почв по ГС составу, так как накопление органоминеральных комплексов и свободных органических частиц происходит преимущественно в области частиц пыли. Благодаря экспрессности и отсутствию чувствительности к плотности твердой фазы частиц в методе ЛД, при создании классификации под метод ЛД, вероятно, стоит ограничиться только диспергацией образцов почв ультразвуком, так как его воздействие является физически обоснованным и соответствующим современным идеям о микроструктурной организации почв [12, 35].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Пределы воспроизводимости метода ЛД приблизительно одинакова по фракциям и не превышает ±1.5%, а также не чувствительна к числу измерений гранулометрического состава для единичного образца. Таким образом, для целей определения текстурного класса почв достаточно иметь минимальную пространственную повторность (от трех точек) и провести измерение каждого образца в двукратной повторности (разброс между значениями не должен превышать ±1.5%).

Рассмотрены различные методы пересчета результатов метода ЛД в результаты пипет-метода. Показано, что максимальная точность определения класса почв по классификациям Качинского и USDA с использованием пересчета с учетом содержания углерода и межлабораторной ошибки не превышает 70.3 и 67.4% соответственно.

Нами рассмотрены 4 основных подхода к решению проблемы классификации почв по ГС для результатов метода ЛД. Проделанный анализ позволяет предположить, что наиболее простым и действенным будет калибровка существующих классификаций почв по ГС на основе анализа и сопоставлении данных, полученных методом ЛД с ультразвуковым способом пробоподготовки и класса почв согласно полевому органолептическому определению.

Лаборатория физики и гидрологии почв Почвенного института им. В.В. Докучаева формирует коллекцию образцов почв различного типа почвообразования с известным текстурным классом согласно полевому методу для последующей калибровки классификаций почв по гранулометрическому составу, необходимой для полноценного использования данных лазерной дифрактометрии для решения фундаментальных и прикладных задач почвоведения.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Авторы благодарят Д.В. Дубовика, А.Ю. Айдиева и В.М. Лазарева за возможность работы на территории Курского федерального аграрного центра и Курского НИИ АПП, А.А. Власова и О.В. Рыжкова за возможность работы на территории ЦЧГЗ им. В.В. Алехина, А.Ф. Стулина за возможность работы на территории Воронежского филиала ВНИИК. Отдельную благодарность авторы выражают д. б. н. Н.Б. Хитрову за ценные замечания и советы по улучшению статьи.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научных проектов № 18-34-00825 и № 18-316-00139, а также с использованием оборудования Центра коллективного пользования научным оборудованием “Функции и свойства почв и почвенного покрова” Почвенного института им. В.В. Докучаева (лазерный дифрактометр Microtrac Bluewave) и Сколковского института науки и технологий (пипет-установка Eijkelkamp, Нидерланды, и вортекс Reax Top Heidolph, Германия).

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Таблица S1. Классификационная принадлежность, формулы профилей, географическое положение исследованных почв. В правой части таблицы указаны сделанные группы анализов: PM – пипет-метод, LD – метод лазерной дифракции; и метод пробоподготовки: US – ультразвуковая диспергация, Ox – окисление органического вещества.

Таблица S2. Параметры и статистическая значимость моделей пересчета данных ЛД в данные ПМ. DF – степени свободы, SE – ошибка среднего, SD – стандартное отклонение, *Adj.* R^2 – скорректированный коэффициент детерминации, AIC – информационный критерий Акайке, BIC – Байесовский информационный критерий, ligLik – натуральный логарифм оценки максимального правдоподобия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Горбунов Н.И.* Методика подготовки почв к минералогическим анализам // Методы минералогического и микроморфологического изучения почв. М.: Наука, 1971.
2. *Егоров В.В., Иванова Е.Н., Фридланд В.М.* Классификация и диагностика почв СССР. М.: Колос, 1977. 225 с.
3. Единый государственный реестр почвенных ресурсов России. Версия 1.0. / Под ред. Иванова А.Л., Шобы С.А. М.: Гриф и К, 2014. 768 с.
4. *Качинский Н.А.* Механический и микроагрегатный состав почвы. Методы его изучения. М.: Изд-во АН СССР, 1958. 191 с.
5. Методика государственной кадастровой оценки сельскохозяйственных угодий на уровне субъектов Российской Федерации. М.: Госкомзем России, 2000. 8 с.
6. Методические указания по проведению комплексного мониторинга плодородия почв земель сельскохозяйственного назначения. М.: Росинформагротех, 2003. 240 с.
7. Теории и методы физики почв / Под ред. Е.В. Шеина, Л.О. Карпачевского. М.: Гриф и К, 2007. 616 с.
8. *Шеин Е.В., Милановский Е.Ю., Молов А.З.* Гранулометрический состав: роль органического вещества в различиях данных седиментометрического и лазернодифрактометрического методов // Доклады по экологическому почвоведению. 2006. Вып. 1. № 1. С. 17–30.
9. *Шинкарев А.А., Корнилова А.Г., Трофимова Ф.А., Гордеев А.С., Гиниятуллин К.Г., Лыгина Т.З.* Сравнение методов седиментометрии и лазерной дифракции в анализе гранулометрического состава глинистой фракции почв // Уч. зап. Казанского ун-та. Сер. Естественные науки. 2010. Вып. 2. № 152.
10. *Шишов Л.Л.* Классификация и диагностика почв России. М.: Ойкумена, 2004. 342 с.
11. *Юдина А.В., Милановский Е.Ю.* Микроагрегатный анализ почв методом лазерной дифракции: особенности пробоподготовки и интерпретации результатов // Бюл. Почв. ин-та им. В.В. Докучаева. 2017. Вып. 89. С. 3–20. https://doi.org/10.19047/0136-1694-89
12. *Юдина А.В., Фомин Д.С., Котельникова А.Д., Милановский Е.Ю.* От понятия элементарной почвенной частицы к гранулометрическому и микроагрегатному анализам (обзор) // Почвоведение. 2018. № 11. С. 1340–1362. https://doi.org/10.1134/S0032180X18110096
13. *Beuselinck L., Govers G., Poesen J., Degraer G., Froyen L.* Grain-size analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve-pipette method // Catena. 1998. V. 32. P. 193–208. https://doi.org/10.1016/S0341-8162(98)00051-4
14. *Bieganowski A., Ryżak M., Sochan A., Barna G., Hernádi H., Beczek M., Polakowski C., Makó A.* Laser diffractometry in the measurments of soil and sediment particle size distribution // Adv. Agron. 2018. V. 151. P. 215–279. https://doi.org/10.1016/bs.agron.2018.04.003
15. *Buurman P., Pape T., Muggler C.C.* Laser Grain-Size Determination In Soil Genetic Studies 1. Practical Problems // Soil Science. 1997. V. 162. P. 211–218. https://doi.org/10.1097/00010694-199703000-00007
16. *Callesen I., Keck H., Andersen T.J.* Particle size distribution in soils and marine sediments by laser diffraction using Malvern Mastersizer 2000—method uncertainty including the effect of hydrogen peroxide pretreatment // J. Soils and Sediments. 2018. V. 18. № 7. P. 2500–2510. https://doi.org/10.1007/s11368-018-1965-8
17. *Campbell J.R.* Limitations in the laser particle sizing of soils // Advances in Regolith. 2003. V. 1. P. 38–42.
18. *Cooper L.R., Haverland R., Hendricks D., Knisei V.* Microtrac particle-size analyzer: An alternative particle-size determination method for sediment and Soils // Soil Science. 1984. V. 138. P. 138–146.
19. *Eshel G., Levy G.J., Mingelgrin U., Singer M.J.* Critical evaluation of the use of laser diffraction for particle-size distribution analysis // Soil Sci. Soc. Am. J. 2004. V. 68. P. 736–743. https://doi.org/10.2136/sssaj2004.7360
20. *Eshel G., Warrington D.N., Levy G.J.* Comments on "Inherent factors limiting the use of laser diffraction for determining particle size distributions of soil and related samples" by Kowalenko and Babuin (Geoderma 2013; 193–194: 22–28) // Geoderma. 2014. V. 226. P. 418–419. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2014.02.024
21. *Hayton S., Nelson C.S., Ricketts B.D., Cooke S., Wedd M.W.* Effect of mica on particle-size analyses using the laser diffraction technique // J. Sediment. Res. 2001. V. 71. P. 507–509. https://doi.org/10.1306/2DC4095B-0E47-11D7-8643000102C1865D
22. IUSS Working Group 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 № 106, Rome. FAO. 2015.
23. *Jensen J.L., Schjønning P., Watts C.W., Christensen B.T., Munkholm L. J.* Soil texture analysis revisited: removal of organic matter matters more than ever // PloS one. 2017. V. 12. № 5. C. e0178039. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0178039
24. *Kerry R., Rawlins B.G., Oliver M.A., Lacinska A.M.* Problems with determining the particle size distribution of chalk soil and some of their implications // Geoder-

ma. 2009. V. 152. P. 324–337.
https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2009.06.018
25. *Konert M., Vandenberghe J.E.F.* Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction // Sedimentology. 1997. V. 44. P. 523–535.
https://doi.org/10.1046/j.1365-3091.1997.d01-38.x
26. *Kosugi K.* Lognormal distribution model for unsaturated soil hydraulic properties // Water Resources Research.1996. V. 32. P. 2697–2703.
https://doi.org/10.1029/96WR01776
27. *Kowalenko C.G., Babuin D.* Inherent factors limiting the use of laser diffraction for determining particle size distributions of soil and related samples // Geoderma. 2013. V. 193. P. 22–28.
https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2012.09.006
28. *Loizeau J.L., Arbouille D., Santiago S., Vernet J.P.* Evaluation of wide range laser diffraction grain size analyzer for use with sediments // Sedimentology. 1994. V. 41. P. 353–361.
https://doi.org/10.1111/j.1365-3091.1994.tb01410.x
29. *Makó A., Tóth G., Weynants M., Rajkai K., Hermann T., Tóth B.* Pedotransfer functions for converting laser diffraction particle-size data to conventional values // European J.il Science. 2017. V. 68. P. 769–782.
https://doi.org/10.1111/ejss.12456
30. *Matthews M.D.* The effect of pretreatment on size analysis // Principles, methods and application of particle size analysis, Cambridge University Press, 2007. ISBN 0-521-36472-8
31. *Miller B.A., Schaetzl R.J.* Precision of soil particle size analysis using laser diffractometry // Soil Sci. Soc. Am. J. 2012. V. 76. P. 1719–1727.
https://doi.org/10.2136/sssaj2011.0303
32. *North P.F.* Towards an absolute measurement of soil structural stability using ultrasound // J. Soil Sci. 1976. V. 27. P. 451–459.
https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1976.tb02014.x
33. *Pabst W., Kuneš K., Havrda J., Gregorová E.* A note on particle size analyses of kaolins and clays // J. Eur. Ceram. Soc. 2000. V. 20. P. 1429–1437.
https://doi.org/10.1016/S0955-2219(00)00016-9
34. *Polakowski C., Ryżak M., Bieganowski A., Sochan A., Bartmiński P., Dębicki R., Stelmach W.* The Reasons for Incorrect Measurements of the Mass Fraction Ratios of Fine and Coarse Material by Laser Diffraction // Soil Sci. Soc. Am. J. 2015. V. 79. P. 30–36.
35. *Schmidt M.W.I., Rumpel C., Kögel-Knabner I.* Evaluation of an ultrasonic dispersion procedure to isolate primary organomineral complexes from soils // European J. Soil Science. 1999. V. 50. P. 87–94.
https://doi.org/10.1046/j.1365-2389.1999.00211.x
36. Soil Survey Staff. 2014. Keys to Soil Taxonomy, 12th ed. USDA-Natural Resources Conservation Service, Washington, DC.
37. *Sochan A., Bieganowski A., Bartmiński P., Ryżak M., Brzezińska M., Dębicki R., Stuczyński T., Polakowski C.* Use of the Laser Diffraction Method for Assessment of the Pipette Method // Soil Science Society of America J.015: V. 79. P. 37–42.
38. *Taubner H., Roth B., Tippkötter R.* Determination of soil texture: Comparison of the sedimentation method and the laser-diffraction analysis // J. Plant Nutr. Soil Sci. 2009. V. 172. P. 161–171.
https://doi.org/10.1002/jpln.200800085
39. *Vandecasteele B., De Vos B., Van Meirvenne M.* Relationship between soil textural fractions determined by the sieve-pipette method and laser diffractometry // Vergelijkende studie tussen laserdiffractie en de zeef-en pipetmethode om bodemtextuur te meten. January, 2001.
40. *Vandenberghe J.* Grain size of fine-grained windblown sediment: A powerful proxy for process identification // Earth-Sci. Rev. 2013. V. 121. P. 18–30.
https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2013.03.001
41. *Weipeng W., Jianli L., Bingzi Z., Jiabao Z., Xiaopeng L., Yifan Y.* Critical Evaluation of Particle Size Distribution Models Using Soil Data Obtained with a Laser Diffraction Method // PLoS ONE. 2015. V. 10. P. e0125048.
https://doi.org/10.1371/journal.pone.0125048
42. *Yang X., Zhang Q., Li X., Jia X., Wei X., Shao M.A.* Determination of Soil Texture by Laser Diffraction Method // Soil Sci. Soci. Am. J. 2015. V. 79. P. 1556–1566.
https://doi.org/10.2136/sssaj2015.04.0164
43. *Yang Y., Wang L., Wendroth O., Liu B., Cheng C., Huang T., Shi Y.* Is the Laser Diffraction Method Reliable for Soil Particle Size Distribution Analysis? // Soil Sci. Soc. Am. J. 2019. V. 83. P. 276–287.
https://doi.org/10.2136/sssaj2018.07.0252
44. *Zobeck T.M.* Rapid soil particle size analyses using laser diffraction // Appl. Eng. Agr. 2004. 5: V. 20. P. 633–639.
https://doi.org/10.13031/2013.17466

The Ways to Do a Texture Classification for Laser Diffraction Method

A. V. Yudina[1, *], D. S. Fomin[1], I. A. Valdes-Korovkin[1, 2], N. A. Churilin[1], M. S. Aleksandrova[2, 3], Yu. A. Golovleva[2], N. V. Phillipov[4], I. V. Kovda[1], A. A. Dymov[5], and E. Yu. Milanovskiy[1, 2]

[1]*Dokuchaev Soil Science Institute, per. Pyzhevskii 7, Moscow, 119017 Russia*
[2]*Lomonosov Moscow State University, Leninskie gory, Moscow, 119991 Russia*
[3]*Izrael Institute of Global Climate and Ecology, Moscow, 107258 Russia*
[4]*Institute for Biological Problems of Cryolithozone SB RAS, Yakutsk, 677007 Russia*
[5]*IB FRC Komi SC UB RA, Syktyvkar, 167982 Russia*
**e-mail: yudina_av@esoil.ru*

The existing soil texture classifications were based on the data sedimentation. The aim of this article is to consider ways to solve the problem of using data from the laser diffraction method to classify soils according to particle size distribution. The article provides a detailed comparison of the data of particle size analysis of soils

obtained by two methods – using laser diffractometry and the classical pipette method. We have showed the reproducibility of the laser diffraction method and the effect of oxidation stage on the soil texture class. This study is based on 8 types of soils (total 32 full sections) which form a zonal series, from podzols (Subpolar Urals) to ferrallite soil (Southwestern Oceania) differing in mineralogical composition, texture and in elementary soil processes. The direct use of the Kachynskiy and USDA classifications with the data of the laser diffraction method leads to mistakes in determining the texture class in 43 and 65% of cases. Increasing complexity of models' conversion, introduction of new variables, and accounting for the influence of inter-laboratory mistake allow to determine correctly the texture class according to the Kachynskiy and USDA classifications in no more than 70 and 72% of soil samples. The most simple and effective approach to solve the classification problem for the laser diffraction method is to calibrate existing classifications directly on the basis of measuring by laser diffraction soil samples which texture class is determined by the field method.

Keywords: Kachynskiy classification, USDA classification, soil texture, soil sample preparation, ultrasound dispersion