

陈旭晋,曹佳,章雪明,等.超高效液相色谱-串联质谱测定碧螺春茶叶中乙醛与壬醛含量[J].江苏农业科学,2025,53(3):177-182.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2025.03.024

超高效液相色谱-串联质谱测定碧螺春茶叶中乙醛与壬醛含量

陈旭晋¹,曹佳¹,章雪明¹,王健²,司文会³,张小刚⁴

(1. 苏州市农产品质量安全监测中心,江苏苏州 215104; 2. 江苏德普检测技术有限公司,江苏苏州 215403;
3. 苏州农业职业技术学院,江苏苏州 215008; 4. 上海爱博才思分析仪器贸易有限公司,上海 200335)

摘要:醛类化合物对茶叶的特殊香气风格具有重要作用。前期研究表明,乙醛和壬醛是碧螺春茶叶独特香味的主要成分,但目前对茶叶中醛类的定量检测方法尚不完善,为后续研究碧螺春茶叶中乙醛和壬醛的具体含量,建立碧螺春茶叶中乙醛和壬醛的超高效液相色谱-串联质谱定量检测方法。在单因素试验的基础上,优化了缓冲溶液 pH 值、衍生化试剂浓度及衍生化时间等试验条件。具体方法为在酸性(缓冲液 pH 值为 3.6)环境下,碧螺春茶叶中的乙醛和壬醛与 2,4-二硝基苯肼(3 mmol/L,溶于乙腈)发生衍生化反应,分别转化为乙醛-2,4-二硝基苯腙和壬醛-2,4-二硝基苯腙。加入 NaCl 进行盐析,使乙腈与缓冲溶液分层,吸取上层溶液(乙腈层)过膜上机。采用 Waters ACQUITY UPLC HSS T₃ 柱(尺寸为 2.1 mm×100 mm,粒径为 1.7 μm)对目标物进行分离,并以甲醇-水(含 0.1% 甲酸)为流动相进行梯度洗脱。电喷雾离子源下进行负离子扫描,在多反应监测(MRM)模式下,结合保留时间和特征离子的峰面积外标法进行定量。结果表明,在 0.05~2.00 μg/mL 浓度范围内,这 2 种化合物的线性关系良好,相关系数 $r > 0.995$,最低检出浓度在 0.5~1.0 ng/mL 之间。加标回收率为 84.4%~99.2%,相对标准偏差(RSD)在 2.64%~4.17% 之间。该方法简单、灵敏、准确,重复性良好,能够满足对碧螺春茶叶中乙醛和壬醛的定量检测需求。

关键词:超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS);碧螺春茶叶;乙醛;壬醛;2,4-二硝基苯肼

中图分类号:TS272.5⁺1;TS272.7 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2025)03-0177-05

苏州太湖洞庭山碧螺春茶被誉为中国十大名茶之一,以其形美、色艳、香浓和味醇而闻名于世,距今已有 1 000 多年历史,清代文人龚自珍曾盛赞:“茶以洞庭山之碧螺春为天下第一。”2023 年,洞庭山碧螺春茶叶以品牌价值 53.05 亿元跻身中国茶叶区域公用百强榜第 6 位,成为江苏第 1 名。茶叶的香气源自不同类型、不同含量挥发性物质,主要包括醇、醛、酮、酸、酯、酚及杂环类化合物等^[1],特别是醛类化合物对茶叶的独特香气风格起到关键作用^[2]。前期研究表明,乙醛、壬醛是太湖洞庭山碧螺春茶叶独特香味的主要成分。高浓度乙醛具有很强的刺鼻气味,低浓度时有令人愉悦的果香味^[3],壬醛的气味则有芳香、麝香和果香的混合味

道,被认为是茶香的主要成分之一。壬醛香气阈值比较低,即使是在浓度很低时,也会表现出十分显著的香气^[4]。

检测茶叶中挥发性物质,一般采用顶空进样的方式,但其灵敏度通常无法满足要求。因此,目前文献中主要采用固相微萃取(SPME)对目标物进行富集,然后通过气相色谱-质谱技术进行测定^[5-10]。固相微萃取作为常用方法存在一定的局限性,对于强极性小分子化合物乙醛,其富集效果不佳,同时,固相微萃取存在竞争吸附效应,导致提取效率低、分析结果误差大。溶剂辅助风味蒸发法(SAFE)是一种用于食品行业的技术,常用于提取和浓缩食材的香味和风味物质^[11-16]。溶剂辅助蒸发法提取的风味物质易随溶剂同蒸发,导致误差,且该法需要专用设备和工艺,需要专业技术和监控,操作复杂。因此,研究确定碧螺春茶叶中乙醛和壬醛的定量测定方法,具有一定的应用价值。

2,4-二硝基苯肼柱前衍生法是检测水中醛类物质的常用方法。Baumjohann 等利用直接衍生化反应,并采用液相色谱-串联质谱技术对矿泉水中

收稿日期:2024-01-18

基金项目:江苏省林业科技创新与推广项目(编号:LYKJ[2022]10);
苏州市科技计划(编号:SNG2021001)。

作者简介:陈旭晋(1990—),男,江苏苏州人,兽医师,研究方向为农产品质量安全及药物残留检测。E-mail:457310585@qq.com。

通信作者:司文会,博士,教授,研究方向为食品安全方法创建与工程化。E-mail:swhe@szai.edu.cn。

的乙醛含量进行测定^[17]。试验过程无富集提取,检测限为 0.5 $\mu\text{g/L}$,定量限为 1.9 $\mu\text{g/L}$,灵敏度高,满足对水中乙醛含量的检测需求;Abe 等将甲醛、乙醛、二硝基苯肼混样 25 $^{\circ}\text{C}$ 衍生 20 min 后,通过液相色谱串联质谱检测,准确度和精密度较好^[18]。徐继松等采用柱前衍生高效液相色谱法对水产品中的甲醛含量进行了测定。该方法的检出限为 0.046 mg/kg ,回收率分别为 101.00% 和 84.60%,精密度分别为 0.65% 和 0.42% ($n=6$),准确度和精密度良好,证明了该方法的准确性和可靠性^[19]。顾亚萍等使用样品衍生化法对白菜中的甲醛含量进行测定,结果显示该方法检出限为 3.06 $\mu\text{g/kg}$,当白菜中甲醛添加量为 1~18 mg/kg 时,以测量得到的峰面积为横轴,以甲醛实际添加量为纵轴绘制校准曲线,线性良好($r^2=0.994$)^[20]。本研究结合上述文献方法,建立了适用于碧螺春茶叶中乙醛和壬醛含量测定的液相色谱-串联质谱法,以期可以同时实现多样品处理,提高检测效率和定量结果的准确性。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

乙腈、甲醇、甲酸、乙酸铵(色谱纯,美国霍尼韦尔国际公司);2,4-二硝基苯肼(色谱纯,上海阿拉丁生化科技股份有限公司);乙酸钠、冰乙酸、氯化钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);0.22 μm 微孔滤膜(天津市富集科技有限公司);试验用水为 Milli-Q 超纯水(美国密理博);乙醛及壬醛标准品(1 000 $\mu\text{g/mL}$,1 mL 溶于乙腈,天津阿尔塔科技有限公司);乙醛 2,4-二硝基苯肼及壬醛 2,4-二硝基苯肼标准品(100 $\mu\text{g/mL}$,1 mL 溶于乙腈,天津阿尔塔科技有限公司)。

1.2 仪器设备

QTRAP 5500 三重四极杆质谱系统(美国爱博才思);H-Class 超高效液相色谱仪(美国沃特世公司);KS4000i 数显恒温振荡器、MS3 漩涡振荡混合器(广州科仪生物科技有限公司);5804R 高速冷冻离心机[艾本德(上海)国际贸易有限公司]。

1.3 试验时间与地点

试验时间:2023 年 2 月至 2023 年 8 月。

试验地点:苏州市农产品质量安全监测中心检测实验室。

1.4 方法

1.4.1 溶液配制 2,4-二硝基苯肼(3 mmol/L):

称取 2,4-二硝基苯肼 0.297 3 g,用乙腈溶解并定容至 500 mL,避光保存,现用现配。

醋酸钠缓冲溶液(pH 值为 3.6):称取醋酸钠 5.1 g,加冰乙酸 20 mL,再加水稀释并定容至 250 mL。

混合标准中间溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):分别取乙醛及壬醛标准品原液各 1 mL,用乙腈稀释并定容至 10 mL。

混合标准工作液(10 $\mu\text{g/mL}$):取 1 mL 标准中间液用水稀释并定容至 10 mL。

1.4.2 前处理方法 称取样品 0.500 g 于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 醋酸钠缓冲溶液和 10 mL 2,4-二硝基苯肼(乙腈溶解配制)。在涡旋混合器中高速涡旋 2 min,随后在 60 $^{\circ}\text{C}$ 恒温振荡器中衍生 40 min。取出后在室温冷却,然后转移至新的 50 mL 离心管中。加入 6 g 氯化钠,剧烈振荡 5 min。以 5 000 r/min 的速度离心 5 min,取上层液体(乙腈层),通过 0.22 μm 微孔滤膜后上机测定。

1.4.3 色谱条件 色谱柱:ACQUITY UPLC HSS T₃ 柱(2.1 mm \times 100 mm,1.7 μm);柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;流速:0.3 mL/min;流动相 A 为甲醇,流动相 B 为 0.1% 甲酸水;梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.00	10	90
2.00	10	90
5.00	95	5
7.00	95	5
7.10	100	0
9.00	100	0
9.10	10	90
10.00	10	90

1.4.4 质谱条件 离子源:电喷雾离子源(ESI);试验方式:多反应监测(MRM);扫描方式:负离子扫描;离子化电压:-4 500 V;温度:550 $^{\circ}\text{C}$;辅助加热气:379.2 kPa;气帘气:379.2 kPa。各化合物详细参数见表 2。

表 2 乙醛 2,4-二硝基苯肼及壬醛 2,4-二硝基苯肼的定性离子、定量离子、去簇电压及碰撞能量

化合物	母离子	子离子	去簇电压 (V)	碰撞能量 (eV)
乙醛 2,4-二硝基苯肼	223.0	121.9*/151.9	-65	-25/-14
壬醛 2,4-二硝基苯肼	321.0	163.0*/205.1	-100	-20/-22

注:带*的为定量离子。

1.5 计算公式

碧螺春茶叶中醛类化合物的含量按公式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \quad (1)$$

式中: X 为样品中被测物的含量, mg/kg; c 为校准曲线中得到的样品溶液中被测物的质量浓度, $\mu\text{g/mL}$; V 为样品加入衍生试剂的体积, mL; m 为样品的质量, g。

2 结果与分析

2.1 流动相选择

在使用乙腈和甲醇作为有机相时, 2 种溶剂均能使被测物实现良好的分离效果。然而, 在以甲醇为有机相时, 壬醛 2,4-二硝基苯肼的峰面积相对于乙腈为有机相时增加了 50 倍。水相通常为纯水或添加适量的甲酸、乙酸铵。经测试, 甲酸对乙醛 2,4-二硝基苯肼和壬醛 2,4-二硝基苯肼都有一定的抑制作用, 而乙酸铵对乙醛 2,4-二硝基苯肼没有影响, 但会影响壬醛 2,4-二硝基苯肼的响应。在使用纯水作为流动相时, 乙醛 2,4-二硝基苯肼和壬醛 2,4-二硝基苯肼的响应太高, 仪器响应易饱和。通过在水中添加适量的甲酸, 可以有效抑制它们的响应, 从而大大增加方法的测量范围。因此, 最终选择甲醇-水(含 0.1% 甲酸)作为流动相。

2.2 色谱柱选择

本研究测试了 ACQUITY UPLC HSS T_3 柱(2.1 mm \times 100 mm, 1.7 μm) 和 ACQUITY UPLC BEH C_{18} 柱(2.1 mm \times 100 mm, 1.7 μm) 2 款色谱柱。结果表明, 2 款色谱柱均能对目标化合物实现较好的分离。在对乙醛 2,4-二硝基苯肼的分离效果方面, T_3 柱略优于 C_{18} 柱, 因此最终选择了 T_3 柱作为分析柱。图 1 和图 2 展示了碧螺春茶叶样品经衍生化前处理后, 被测物的提取离子流色谱图。

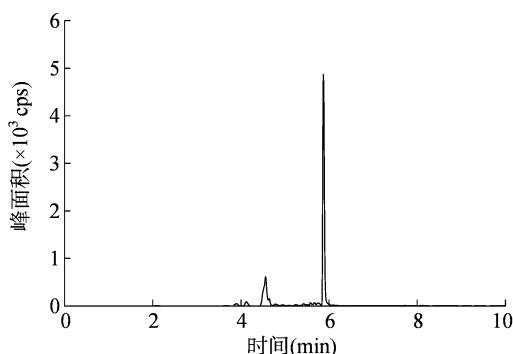


图1 碧螺春茶叶中乙醛 2,4-二硝基苯肼提取离子流色谱图

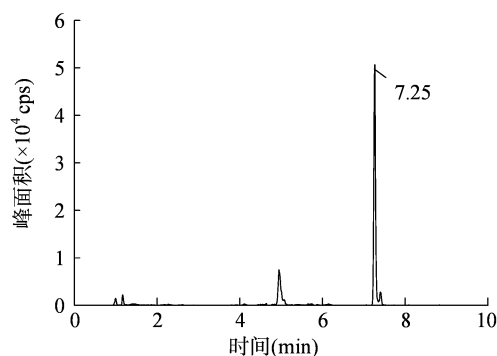


图2 碧螺春茶叶中壬醛 2,4-二硝基苯肼提取离子流色谱图

2.3 缓冲溶液的选择

缓冲溶液对衍生化反应的进行至关重要, 如果不添加缓冲溶液衍生化反应进行速度较慢^[21]。醛分子与 2,4-二硝基苯肼这类衍生试剂的反应, 实质上是一种羰基的亲核性加成反应。在反应过程中, 酸催化能够有效增强羰基上碳原子的正电性, 进而促进亲核试剂对羰基的攻击。因此, 选择酸性条件作为反应环境, 将极大地促进醛分子与衍生试剂之间的反应进程^[22]。

在已有的文献及方法中, 一般采用 pH 值为 5.0 的醋酸钠缓冲液^[23-24]。本研究分别测试了磷酸盐缓冲液(pH 值为 2.0)和醋酸钠缓冲液(pH 值为 3.6、4.5、5.0)对纯标准物质和真实样品的衍生化结果的影响。具体的操作方式: 在 4 根离心管中同时加入 0.5 μg 乙醛和壬醛, 分别加入不同 pH 值的缓冲溶液后, 按“1.4.2”节中的试验步骤进行试验, 上机得到纯标准物质中目标化合物的峰面积。同理, 分别在 4 根离心管中称取 0.5 g 碧螺春茶叶样品, 加入不同 pH 值的缓冲溶液后, 按“1.4.2”节的试验步骤继续试验, 上机得到实际样品中目标化合物的峰面积。由图 3 可知, 标准物质在加入不同 pH 值缓冲溶液衍生后, 目标化合物的峰面积相接近。然而, 在实际的碧螺春茶叶样品中, 在加入 pH 值为 3.6 的醋酸钠缓冲液时, 目标化合物的峰面积高于其他 pH 值的缓冲液。由此可见, 在实际样品中, 在 pH 值为 3.6 的醋酸钠缓冲液作用下, 目标化合物的提取效率或者转化效率最高, 因此选择 pH 值为 3.6 的醋酸钠缓冲液。

2.4 衍生化试剂的提纯

据相关文献报道, 高效液相色谱(HPLC)柱前衍生化法在测定醛类时, 其主要的空白干扰来源于衍生化试剂 2,4-二硝基苯肼。因此, 本研究参考了相关文献 2,4-二硝基苯肼的提纯方法, 并应用

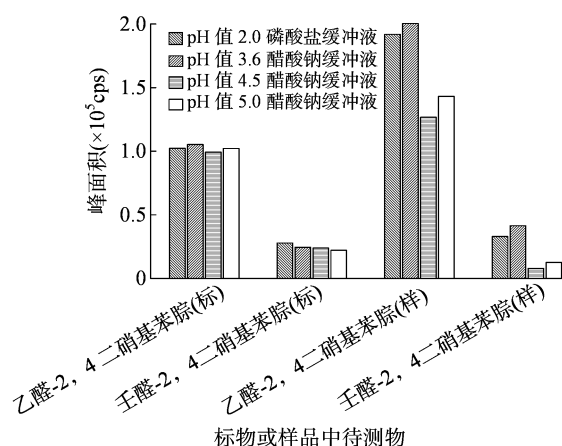


图3 标准物质和实际样品在不同 pH 值条件下待测物的峰面积

于实际操作中。具体操作流程如下:精确称取 2,4-二硝基苯腙 4 g,置于烧瓶中,然后加入乙腈 200 mL 并充分混匀。在 90 ℃ 水浴条件下加热 30 min,随后在 60 ℃ 下进行重结晶。完成重结晶后,弃去乙腈层,将残渣进行烘干处理。

2.5 衍生化温度和时间

合适的温度和充分的时间,是成功完成衍生化反应的重要条件。根据已有的文献中,选择 60 ℃ 为衍生化温度^[21-23]。在维持其温度条件下,进一步探索最佳反应时间。由图 4 可知,从 20 min 开始壬醛 2,4-二硝基苯腙峰面积随时间增加表现出相对稳定的趋势。乙醛 2,4-二硝基苯腙在 40 min 后,其峰面积也趋于稳定。因此,为确保衍生化反应的质量和效率,确定最佳反应时间为 40 min。

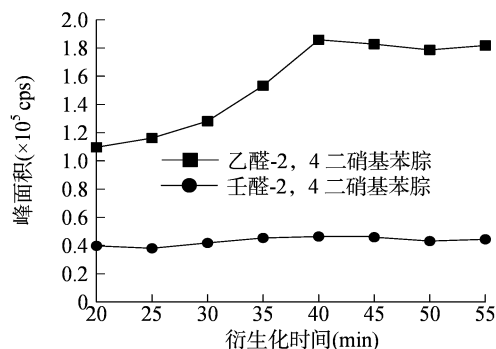


图4 不同衍生化时间化合物峰面积

2.6 衍生化试剂的浓度

高过量的衍生化试剂对于一个快速和完整的反应是十分必要的。碧螺春茶叶中含有的醛酮类种类较多,均会与 2,4-二硝基苯腙发生衍生化反应。本研究以 1、3、6、9 mmol/L 浓度的 2,4-二硝基苯腙作为衍生试剂,测试适宜的衍生化试剂浓度。由图 5 可知,在衍生化试剂浓度达 3 mmol/L

时,进一步增加其浓度,乙醛 2,4-二硝基苯腙和壬醛 2,4-二硝基苯腙的峰面积并未发生明显变化,因此选择浓度为 3 mmol/L 的衍生化试剂。

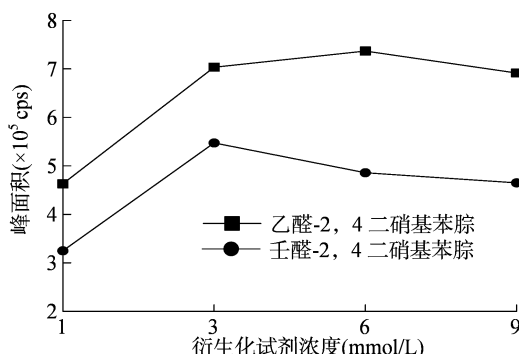


图5 经不同浓度衍生化试剂衍生后目标物的峰面积

2.7 校准曲线和灵敏度

取 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 μg 乙醛和壬醛标准溶液于 50 mL 离心管中,其余步骤按“1.4.2”节处理,得到 0.05、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00 μg/mL 的校准曲线溶液。以被测物的质量浓度 (X , μg/mL) 作为横坐标,峰面积作为纵坐标 (Y),绘制 2 种被测物的标准曲线。由表 3 可知,线性范围为 0.05 ~ 2.00 μg/mL 时,各化合物校准曲线相关系数均大于 0.995,显示出良好的线性关系。取乙醛 2,4-二硝基苯腙及壬醛 2,4-二硝基苯腙的标准溶液不断稀释进样,当信噪比 (S/N) 为 3 时,乙醛 2,4-二硝基苯腙的最低检出浓度为 0.5 ng/mL,壬醛 2,4-二硝基苯腙的最低检出浓度为 1.0 ng/mL。

表 3 化合物的线性范围和相关系数

化合物	线性范围 (μg/mL)	线性方程	相关系数
乙醛 2,4-二硝基苯腙	0.05 ~ 2.0	$y = 58\,072.1x + 80\,790.1$	0.997
壬醛 2,4-二硝基苯腙	0.05 ~ 2.0	$y = 213\,247.0x + 74\,295.6$	0.996

2.8 精密度和准确度

准确称取碧螺春茶叶样品 0.500 g 于 50 mL 离心管中,分 4 组 6 个平行,其中,1 组作为对照,另外 3 组按 3 个梯度水平加标,见表 4。然后按“1.4.2”节对样品进行处理,按“1.4.3”“1.4.4”节中的条件上机检测,得出乙醛和壬醛在不同加标梯度下的平均回收率和相对标准偏差。结果表明,乙醛和壬醛的平均回收率在 84.4% ~ 99.2% 之间,相对标准偏差在 2.64% ~ 4.17% 之间,符合日常检测需求。

2.9 实际样品检测结果

采集 4 份碧螺春茶叶样品,分别测定其鲜叶、炒

表 4 碧螺春茶叶中 3 种浓度乙醛和壬醛加标回收率和精密度 ($n=6$)

化合物	本底平均值 (mg/kg)	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
乙醛	2.06	6	86.1	4.17
		12	89.5	3.58
		30	84.4	2.75
壬醛	2.89	2	95.0	3.79
		5	89.3	2.64
		10	99.2	2.94

注: n 为平行样品个数。

后乙醛和壬醛的含量。由表 5 可知,炒制后,乙醛和壬醛的含量均明显降低,其中,乙醛损耗更多。这可能是由于乙醛和壬醛均为易挥发物质,高温炒制极易造成损耗,相较于壬醛来说,乙醛沸点更低,挥发性更强。经过炒制后,样品中的含量达到一个相对平衡的程度,故乙醛和壬醛间的差异性也有所降低。

表 5 鲜叶和炒制后碧螺春茶叶中乙醛和壬醛的含量

样品编号	含量(mg/kg)			
	乙醛(鲜叶)	乙醛(炒后)	壬醛(鲜叶)	壬醛(炒后)
样品 1	91.10	1.25	5.21	1.18
样品 2	79.10	1.17	5.79	1.13
样品 3	76.30	1.10	7.60	1.15
样品 4	77.90	1.18	7.31	1.27

3 结论

本研究通过优化前处理条件和仪器的方法,建立了超高效液相色谱-串联质谱测定碧螺春茶叶中乙醛和壬醛的定量检测方法。通过衍生化反应,在酸性条件下将碧螺春茶叶中的乙醛和壬醛转化成乙醛 2,4-二硝基苯腙、壬醛 2,4-二硝基苯腙,经超高效液相色谱-串联质谱进行检测。方法的灵敏度、准确度和精密度好,满足日常检测需求,适用于碧螺春茶叶中乙醛和壬醛的定量检测,也为茶叶中醛类物质的定量检测提供新的思路。

参考文献:

[1]舒心,高彦祥. 茶叶挥发性成分提取及其香气特征分析研究进展[J]. 食品工业科技,2022,43(15):469-480.
[2]李沃颖,卢思捷. 使用全二维气相色谱-飞行时间质谱仪分析茶叶挥发性香味成份探究[J]. 广东化工,2022,49(23):223-226.
[3]Miyake T, Shibamoto T. Quantitative analysis of acetaldehyde in

foods and beverages[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1993,41(11):1968-1970.
[4]于爱丽,朱永哲. 绿茶的香气成分及其在加工中的变化[J]. 蚕桑茶叶通讯,2011(2):23-24.
[5]李炫烨,陈思,刘毓婕,等. 基于顶空固相微萃取-气相色谱-飞行时间质谱联用技术分析固样方法对茶叶挥发性成分的影响[J]. 食品与发酵工业,2022,48(16):257-263,270-271.
[6]李俊,祝愿,周雪丽,等. 茶叶中 29 种挥发性有机物的固相微萃取-气相色谱-质谱法测定及其危害水平评估[J]. 理化检验(化学分册),2021,57(5):391-397.
[7]邓静,王远兴,毛雪金,等. 固相微萃取(SPME)在茶叶香气分析中的应用[J]. 食品工业科技,2014,35(2):346-349,353.
[8]许培增,刘明娟,罗贞贵,等. 顶空固相微萃取气质联用法分析羊耳菊花的挥发性成分[J]. 湖北农业科学,2021,60(11):115-117.
[9]郭瑞,张晓莉,李盼盼,等. 基于挥发性风味物质分析的小麦储藏年份鉴别方法研究[J]. 食品安全质量检测学报,2023,14(24):303-312.
[10]Chaudhary P R, Jayaprakasha G K, Patil B S. Headspace and solid-phase microextraction methods for the identification of volatile flavor compounds in *Citrus* fruits [M]//ACS symposium series. Washington D C: American Chemical Society, 2014:243-256.
[11]Flaig M, Qi S C, Wei G D, et al. Characterisation of the key aroma compounds in a Longjing green tea infusion (*Camellia sinensis*) by the sensomics approach and their quantitative changes during processing of the tea leaves [J]. European Food Research and Technology, 2020,246(12):2411-2425.
[12]Liu X L, Du X P, Yang Y F, et al. Study on the aroma formation of baked sea bass (*Lateolabrax japonicus*) via solvent-assisted flavor evaporation coupled with gas chromatography-mass spectrometry (SAFE-GC-MS) analysis[J]. LWT, 2022,171:114152.
[13]莫皓然,黄名正,张群,等. 顶空固相微萃取结合溶剂辅助风味蒸发分析无籽刺梨挥发性成分及其呈香贡献[J]. 食品工业科技,2023,44(20):289-297.
[14]赵丽丽,史冠莹,蒋鹏飞,等. 基于 OAV 和 GC-O-MS 法鉴定香椿中的关键香气成分[J]. 现代食品科技,2022,38(11):264-275.
[15]郭向阳,宛晓春. 茶叶香气提取方法[J]. 食品安全质量检测学报,2019,10(15):4869-4876.
[16]Flaig M, Qi S, Wei G D, et al. Characterization of the key odorants in a high-grade Chinese green tea beverage (*Camellia sinensis*: Jingshan cha) by means of the sensomics approach and elucidation of odorant changes in tea leaves caused by the tea manufacturing process[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2020,68(18):5168-5179.
[17]Baumjohann N, Harms D. Development of an LC-MS/MS method for studying migration characteristics of acetaldehyde in polyethylene terephthalate (PET)-packed mineral water[J]. Food Additives & Contaminants, 2015,32(9):1552-1560.
[18]Abe Y, Kobayashi N, Yamaguchi M, et al. Determination of formaldehyde and acetaldehyde levels in poly(ethylene terephthalate)

张昌琦,付中法,陈 升,等. 长期不同驯化土壤遗留效应初探[J]. 江苏农业科学,2025,53(3):182-190.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2025.03.025

长期不同驯化土壤遗留效应初探

张昌琦¹, 付中法¹, 陈 升¹, 余玉梅¹, 朱映安^{1,2}, 肖靖秀¹

(1. 云南农业大学资源与环境学院, 云南昆明 650500; 2. 云南农业大学园林园艺学院, 云南昆明 650500)

摘要:为揭示土壤遗留效应在间作提高或维持系统生产力的机制中的作用,以田间施氮和不施氮水平下单作小麦、单作蚕豆和小麦蚕豆间作的长期驯化土壤开展盆栽试验,分析不同驯化土壤下小麦和蚕豆生长参数、根系形态及氮吸收的差异。结果表明:与同作土壤相比,异作土壤和间作土壤提高了小麦株高和叶片 SPAD 值,促进小麦根系形态生长,使根系变长 50.0% 和 75.9%,小麦根系表面积分别增加了 22.7% 和 27.6%;而蚕豆在异作土壤和不施氮的间作土壤条件下其根系分别变长 55.9% 和 36.0%、变细 13.4% 和 26.9%。与同作土壤相比,异作土壤提高了小麦地上部氮吸收量,间作土壤则主要提高了小麦和蚕豆地下部氮吸收量,分别为 20.2% 和 35.3%。施用氮肥降低了异作土壤和间作土壤的促进效应,不施氮时促进效应表现为间作土壤 \geq 异作土壤,施氮条件下表现为间作土壤 $<$ 异作土壤。综上,异作土壤(轮作)和间作均能带来正向的遗留效应,不施氮的条件下,间作对后茬作物的促生遗留效应大于或等于异作土壤(轮作),施氮抑制了间作和异作土壤(轮作)的正向遗留效应。

关键词:单作;间作;土壤遗留效应;反馈效应;小麦;蚕豆

中图分类号:S344 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2025)03-0182-09

土壤遗留效应是植物-土壤反馈中的一部分,是目前生态学研究热点之一。土壤遗留效应可以理解在植物生长过程中通过根系穿插、分泌物和凋落物与土壤进行养分循环,改变土壤的物理结构、化学性质和养分组成,而这些被植物改变的因素会在剔除植物后继续留在土壤中,对后茬植物的生长产生影响^[1-2]。Nsikani 等发现,金合欢入侵改

变土壤特性[pH 值、硝态氮($\text{NO}_3^- - \text{N}$)含量],并且在消除金合欢后的 10 年,其土壤特性仍然保持生态功能^[3]。如果植物造成的土壤遗留物质对后茬同种植物本身体现出生长优势则称为正反馈,若对同种植物自身生长产生抑制作用则称为负反馈,对植物自身生长既不促进也不抑制可定义为中性反馈^[4-5]。土壤遗留物质会对生态系统中优势物种产生影响,从而影响生态系统的物种多样性和系统生产力^[6-7]。

首先,连作障碍是农田生态系统最典型的一种负反馈现象,也是植物-土壤反馈理论最早在农田生态系统中的应用,并且在农田生态系统中这种负反馈往往会比自然生态系统中更强烈^[8]。连续的单一种植和肥料的大量投入导致作物减产等问题的出现,人们开始思考作物与土壤环境之间的联

收稿日期:2023-01-23

基金项目:国家自然科学基金(编号:32060718,31760611);云南农业联合专项面上项目(编号:202301BD070001-201);国家重点研发计划(编号:2022YFD1901502)。

作者简介:张昌琦(1999—),女,云南曲靖人,硕士研究生,主要从事间套作体系养分资源高效利用研究。E-mail:2429691218@qq.com。

通信作者:肖靖秀,博士,教授,主要从事间套作体系养分资源高效利用、植物营养与病害控制研究。E-mail:xiaojingxiuxjx@126.com。

(PET) bottled mineral water using a simple and rapid analytical method[J]. Food Chemistry,2021,344:128708.

[19]徐继松,翟少伟,许 璐,等. 衍生化反相高效液相色谱法检测水产品中的甲醛残留量[J]. 食品工业,2019,40(10):299-303.

[20]顾亚萍,乔 方,方长发,等. 液相色谱串联质谱法测定白菜中的甲醛含量[J]. 食品与发酵工业,2017,43(12):214-217.

[21]马庆国,徐锦宏,贺 伟,等. 2,4-二硝基苯肼衍生化甲醛条件探讨[J]. 山东化工,2018,47(21):15-17.

[22]李 颖,赵浩军,刘 飞,等. 2,4-二硝基苯肼柱前衍生-高效液相色谱法测定水中的微量乙醛[J]. 食品安全质量检测学报,2019,10(16):5523-5527.

[23]洪月玲,袁 野,胡潇潇. 柱前衍生-高效液相色谱法测定水产品中甲醛含量的研究[J]. 微量元素与健康研究,2019,36(5):59-61.

[24]江 颖,王 珏,许 凯,等. HPLC 柱前衍生化法测定药用辅料中甲醛、乙醛时空白干扰的探索及方法优化[J]. 药物分析杂志,2020,40(11):2062-2069.