

DOI: 10.11766/trxb202212060674

刘雅俊, 刘帅, 甘磊, 张中彬, 彭新华. 基于稀土氧化物示踪法探究冻融循环对黑土团聚体周转的影响[J]. 土壤学报, 2024, 61(4): 964–977.

LIU Yajun, LIU Shuai, GAN Lei, ZHANG Zhongbin, PENG Xinhua. Effects of Freeze-thaw Cycles on Soil Aggregates Turnover in Mollisols Using Rare Earth Oxides as Tracers[J]. Acta Pedologica Sinica, 2024, 61(4): 964–977.

## 基于稀土氧化物示踪法探究冻融循环对黑土团聚体周转的影响\*

刘雅俊<sup>1, 2</sup>, 刘帅<sup>2†</sup>, 甘磊<sup>1†</sup>, 张中彬<sup>2</sup>, 彭新华<sup>2</sup>

(1. 桂林理工大学广西岩溶地区水污染控制与用水安全保障协同创新中心, 广西桂林 541004; 2. 中国科学院南京土壤研究所, 南京 201008)

**摘要:** 为区分土壤团聚体形成和破碎过程, 阐明冻融循环对黑土土壤结构的影响, 本文利用稀土氧化物 (REOs) 示踪技术, 通过室内模拟实验, 探究不同初始含水量 (50%田间持水量 (T50) vs. 100%田间持水量 (T100)) 和冻融循环次数 (0次、3次、6次、12次和20次) 对团聚体粒径分布、平均质量直径 (MWD) 以及团聚体周转过程的影响。结果表明: 同一初始含水量下, 随着冻融循环次数的增加, MWD、>0.25 mm 和 <0.053 mm 团聚体含量显著降低, 0.25~0.053 mm 团聚体含量显著增加 ( $P<0.05$ )。6次冻融循环后, T50 处理下的 MWD 显著高于 T100 处理 ( $P<0.05$ ), 5~2 mm 和 <0.25 mm 团聚体含量无显著差异。除 5~2 mm 团聚体外, 相邻粒级团聚体之间周转更为激烈; 在同一冻融循环次数下, 5~2 mm 团聚体向 0.25~0.053 mm 团聚体的破碎量在 T100 处理下显著高于 T50 处理 ( $P<0.05$ )。冻融循环促进了 >0.25 mm 团聚体的破碎和 <0.053 mm 团聚体的团聚, 表现为 0.25~0.053 mm 团聚体的累积。冻融循环过程中, MWD 与各粒径团聚体相对形成量呈显著正相关, 与其相对破碎量呈显著负相关 ( $P<0.05$ )。随着冻融循环次数的增加, 各粒径团聚体周转时间显著增加 ( $P<0.05$ )。同一冻融循环次数下, >0.25 mm 团聚体的周转时间高于 <0.25 mm 团聚体, T100 处理下的团聚体周转时间显著高于 T50 处理 ( $P<0.05$ )。综上所述, 冻融循环次数和土壤初始含水量通过影响团聚体形成和破碎过程改变土壤结构的稳定性。本研究结果可为进一步探究冻融循环下黑土土壤结构变化提供理论依据。

**关键词:** 冻融循环; 团聚体周转; 黑土; 稀土氧化物; 团聚体稳定性

**中图分类号:** S157 **文献标志码:** A

## Effects of Freeze-thaw Cycles on Soil Aggregates Turnover in Mollisols Using Rare Earth Oxides as Tracers

LIU Yajun<sup>1, 2</sup>, LIU Shuai<sup>2†</sup>, GAN Lei<sup>1†</sup>, ZHANG Zhongbin<sup>2</sup>, PENG Xinhua<sup>2</sup>

(1. Guangxi Collaborative Innovation Center for Water Pollution Control and Safety in Karst Area, Guilin University of Technology, Guilin,

\* 国家重点研发专项 (2021YFD1500801)、国家自然科学基金项目 (42207360)、江苏省卓越博士后计划 (2022ZB466) 和中国博士后科学基金项目 (2022M723238) 共同资助 Supported by national Key Research and Development Program (No. 2021YFD1500801), National Natural Science Foundation of China (No. 42207360), Jiangsu Funding Program for Excellent Postdoctoral Talent (No. 2022ZB466), and China Postdoctoral Science Foundation (No. 2022M723238)

† 通讯作者 Corresponding author, E-mail: sliu@issas.ac.cn; allen\_gl2006@163.com

作者简介: 刘雅俊 (1997—), 男, 山西忻州人, 硕士研究生, 研究方向为土壤水分与结构。E-mail: lyj4878@163.com

收稿日期: 2022-12-06; 收到修改稿日期: 2023-05-22; 网络首发日期 (www.cnki.net): 2023-08-22

Guangxi 541004, China; 2. Institute of Soil Science, Chinese Academy of Sciences, Nanjing 210008, China)

**Abstract:** 【Objective】 To elucidate the effects of freeze-thaw cycles and initial water content on soil structure, rare earth oxides(REOs) were used as tracers to separate soil aggregates formation and breakdown processes. 【Method】 REOs-labelled soil was reformed and investigated herein. Two initial water contents(50% field water holding capacity(T50) vs. 100% field water holding capacity (T100)) and five freeze-thaw cycles (0, 3, 6, 12 and 20 cycles) were involved in the simulation experiments. Soil aggregates distribution, mean weight diameter (MWD), and the aggregate turnover process were measured accordingly. 【Result】 The results showed that freeze-thaw cycles significantly reduced MWD, > 0.25 mm aggregates and < 0.053 mm aggregates proportions, but increased the contents of 0.25~0.053 mm aggregates under the same initial water content. After 6 freeze-thaw cycles, MWD was significantly ( $P < 0.05$ ) higher under T50 compared with that under T100, but there were no significant differences between the contents of 5~2 mm and < 0.25 mm aggregates. Except for 5~2 mm aggregates, the intensive transformation between neighboring size aggregates was observed during the whole simulation experiments. In the same freeze-thaw cycles, the transformation proportions from 5~2 mm to 0.25~0.053 mm aggregate were significantly ( $P < 0.05$ ) higher under T100 compared with T50 treatment. The freeze-thaw cycles promoted the breakdown of > 0.25 mm aggregates and the formation of 0.25~0.053 mm aggregates both under T50 and T100 treatments. Also, MWD was significantly positively correlated with the relative formation of soil aggregates and negatively related with the relative breakdown of soil aggregates ( $P < 0.05$ ). The turnover time of soil aggregate remarkably increased with the freeze-thaw cycles ( $P < 0.05$ ) and the aggregate turnover time of > 0.25 mm aggregates was higher than that of < 0.25 mm aggregates. Comparatively, the aggregate turnover time was significantly higher under T100 than that under T50 with the same freeze-thaw cycle ( $P < 0.05$ ). 【Conclusion】 The freeze-thaw cycles and soil initial water content significantly affect the aggregate turnover. Both parameters change the stability of soil structure by affecting the aggregate formation and fragmentation processes. The results provide a theoretical basis for further exploration of the structural changes of black soil under freeze-thaw cycles.

**Key words:** Freeze-thaw cycles; Aggregate turnover; Mollisols; Rare earth oxides; Soil aggregate stability

我国典型黑土耕地面积约为 1853.33 万公顷, 贡献了全国近 1/4 的粮食产量, 商品粮输出量占全国总量的 1/3, 是保障国家粮食安全的“压舱石”<sup>[1]</sup>。但是, 长期高强度“重用轻养”的农业利用方式导致黑土土壤结构变差<sup>[2]</sup>, 与 20 世纪 80 年代相比, 黑土区耕层土壤团聚体水稳性和抗水侵蚀能力逐年降低<sup>[3]</sup>。加之东北地区地处高纬度, 冬季昼夜温差大, 冻融循环现象明显, 进一步破坏土壤结构<sup>[4]</sup>。因此, 研究冻融循环下土壤结构的动态变化对阻控黑土地退化、提升耕地质量具有重要意义。

土壤团聚体是表征土壤结构最重要的指标, 也是构成土壤的基本骨架, 其稳定性显著影响土壤功能<sup>[5-7]</sup>。团聚体稳定性常用团聚体平均质量直径 (MWD) 表征, 大量研究表明, 冻融循环次数和土壤初始含水量是影响团聚体粒径分布和 MWD 的主要因素<sup>[8-12]</sup>。基于室内模拟冻融循环实验, 王文刚等<sup>[8]</sup>提出随着冻融次数的增加, >0.50 mm 团聚体含量减少, <0.50 mm 团聚体含量增加, MWD 降低;

而 Wang 等<sup>[9]</sup>报道在 9 次冻融循环过程中, >0.25 mm 团聚体含量减小, <0.25 mm 团聚体增加, MWD 呈现减小趋势后趋于稳定。刘绪军等<sup>[10]</sup>则发现与对照组相比, 经过 5 次冻融周期后, >0.25 mm 团聚体含量和 MWD 均持续降低。顾汪明等<sup>[11]</sup>研究结果一致, 在 30 次冻融循环实验中随着冻融次数的增加, >1 mm 团聚体含量显著降低, <1 mm 团聚体含量显著增加, 导致 MWD 下降, 且该现象随着土壤含水量的增加而增加。而牛浩等<sup>[12]</sup>对克山黑土的研究表明, 在 50%田间持水量条件下, 随着冻融次数的增加, >0.25 mm 团聚体含量显著增加, MWD 则呈现上升趋势; 而在 100%田间持水量条件下, 随着冻融次数的增加, >0.25 mm 团聚体占比增加, MWD 显著下降。目前, 土壤结构随土壤初始含水量和冻融循环次数的响应并无定论, 多聚焦于土壤团聚体粒径分布特征和 MWD 动态变化, 忽略了冻融循环作用下团聚体形成和破碎过程的影响, 无法进一步解析土壤结构动态变化的内在驱动机制。

利用稀土氧化物 (REOs) 在土壤中背景浓度低、吸附性高和稳定性强的优点, 可将其作为示踪剂区分团聚体形成和破碎路径, 量化分析团聚体的周转过程<sup>[13-22]</sup>。利用 REOs 示踪技术, 前人先后探究了老成土<sup>[15-19]</sup>、淋溶土<sup>[14, 20]</sup>、变性土<sup>[21]</sup>和软土<sup>[22]</sup>的团聚体周转路径, 共同指出外源有机物的添加会促进稳定性大团聚体的形成、减少其破碎。但现有研究均基于室内培养或盆栽实验, 关注外源有机物性质<sup>[21]</sup>、氮肥施用量<sup>[21]</sup>、微生物<sup>[20]</sup>、植物根系<sup>[22]</sup>等因素的作用下团聚体的周转过程, 忽略了实际情况下的土壤物理过程 (如冻融循环等) 带来的影响。本文将利用 REOs 示踪技术, 探究不同初始含水量下冻融循环次数对黑土土壤团聚体粒径分布和 MWD 的影响, 量化团聚体破碎与形成路径, 解析土壤结构动态变化的内在过程, 研究结果将为进一步探究冻融循环下黑土土壤结构变化提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 供试土壤

供试土样取自海伦市国家野外科学观测研究站 (47°26' N, 126°38' E), 位于黑龙江省中部的海伦市, 地处小兴安岭向松嫩平原的过渡带, 属于温带地区的南缘。年平均气温和年均有效积温分别为 1.5 °C 和 2450 °C, 年均降雨量为 530 mm, 年均日照为 2600~2800 h, 无霜期为 125 d, 季节性冻层发生时间为每年的 11 月初至翌年 5 月中下旬, 冻层发育深度约为 160~230 cm<sup>[23]</sup>。野外采样时用 100 cm<sup>3</sup> 环刀采集表层原状土 (0~20 cm), 土壤基本理化性质的测定方法参照土壤农业化学分析标准方法<sup>[24]</sup>进行。采用压力膜仪 (-33 kPa) 测定田间持水量, 烘干法测定容重。扰动样品采用 5 点法取混合样, 去除石块、根系等杂物后室内自然风干后过 5 mm 筛

备用。土壤过 2 mm 筛后测定其基本理化性质, pH 采用 1:2.5 土水比电位法测定, 土壤质地采用吸管法测定, 土壤有机质采用重铬酸钾氧化法测定。土壤基本理化性状详见表 1。

### 1.2 试验设计

(1) 稀土氧化物标记的重组土样。本研究使用的四种稀土氧化物 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 均购买自中国上海合力稀土材料公司, 其纯度为 >99.99%。REOs 的平均直径 (D<sub>50</sub>) 为 3.2~5.2 μm, 颗粒密度为 6.5~7.6 Mg·m<sup>-3</sup>。土壤中稀土氧化物 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 背景值分别为 41.72 mg·kg<sup>-1</sup>、7.7 mg·kg<sup>-1</sup>、28.58 mg·kg<sup>-1</sup> 和 6.49 mg·kg<sup>-1</sup>。

本研究中采用湿混法标记土壤<sup>[16]</sup>, 其中稀土氧化物的添加浓度为 500 mg·kg<sup>-1</sup>。以 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 为例, 标记土壤 5 000 g, 所需蒸馏水量 1 020 g, 根据土壤质量称取 2.5 g 的 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 500 g 蒸馏水配置成溶液后, 均匀喷施于待标记的土壤中, 最后少量多次润洗喷壶后喷洒土中, 使其达到田间持水量的 60%。将装有标记土壤的置物箱放于恒温培养箱中, 在 4 °C 条件下静置 3 d 以使水分平衡, 后取出放入 40 °C 烘箱中烘 48 h。过 5 mm 筛, 得到 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 标记的土样, 再通过 Elliott 湿筛法<sup>[7]</sup>获得该元素标记的不同粒径团聚体。湿筛方法即将 50 g 烘干的土壤 (过 5 mm 筛) 样品在室温下放置于孔径 2 mm 直径为 20 cm 筛上, 在蒸馏水中浸泡 5 min, 将筛子上下震荡, 幅度为 3 cm, 频率为 2 min 内 50 次, 震动结束后, 残留在筛子上的团聚体为 5~2 mm 团聚体。将剩余的液体继续依次通过 0.25 mm、0.053 mm 的筛子, 震动方式相同, 同时得到 2~0.25 mm、0.25~0.053 mm 和 <0.053 mm 的团聚体。蒸馏水冲洗得到的各级别团聚体, 在 40 °C 下烘干 24 h, 称重。

$$MWD = \sum_{i=1}^n \frac{r_{i-1} + r_i}{2} \times w_i \quad (1)$$

表 1 供试土壤基本理化性质

Table 1 Basic physical and chemical properties of the test soil

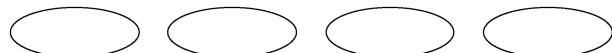
土壤类型	有机质		田间持水量	容重	砂粒	粉粒	黏粒
Soil type	Organic matter/ (g·kg <sup>-1</sup> )	pH	Field water capacity/ %	Soil bulk density/ (g·cm <sup>-3</sup> )	Sand/ %	Silt/ %	Clay/ %
黑土 Black soil	34.76	6.78	34.00	1.25	9.87	54.33	35.80

式中,  $MWD$  为平均质量直径,  $r_i$  为第  $i$  个筛子孔径 (mm),  $r_0=r_1$ ,  $r_n=r_{n+1}$ ,  $w_i$  为第  $i$  个筛子的破碎团聚体质量百分比。

其他稀土元素标记的土壤团聚体同样按照该方法获得。湿筛后收集不同 REOs 标记的团聚体, 称重并根据原始土壤样品中团聚体的百分比重新组合到一个新的土柱中, 可以得到 (A) 以  $Nd_2O_3$  为标记的 5~2 mm 团聚体, (B) 以  $La_2O_3$  为标记的 2~0.25 mm 团聚体, (C) 以  $Sm_2O_3$  为标记的 0.25~0.053 mm 团聚体, (D) 以  $Gd_2O_3$  为标记的 <0.053 mm 团聚体。将重组后的土壤用平板轻轻装入 PVC 土柱中 (直径为 5 cm, 高度为 3 cm), 控制容重为  $1.25 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$

第一步: 空白土样

Step 1: Blank soil



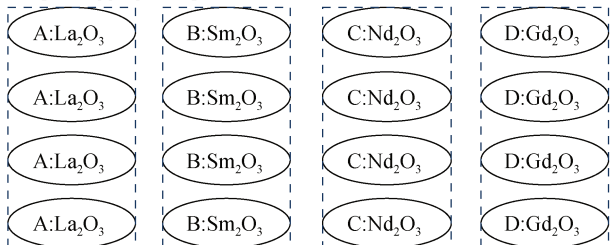
第二步: REOs 标记的土样 (500 mg REO  $\text{kg}^{-1}$  soil)

Step 2: REOs-labelled soil (500 mg REO  $\text{kg}^{-1}$  soil)



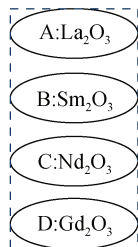
第三步: 土壤湿筛分级

Step 3: Aggregate separation



第四步: 重组土样

Step 4: Recombined soil



注: A, B, C 和 D 分别代表 5~2 mm, 2~0.25mm, 0.25~0.053 mm 和 <0.053 mm 团聚体。Note: A, B, C and D indicate 5~2 mm, 2~0.25mm, 0.25~0.053 mm, and <0.053 mm aggregates.

图 1 稀土氧化物标记土壤团聚体流程图

Fig. 1 The flow chart of the soil recombined by REOs labelled four different aggregate fractions

(2) 室内冻融循环实验。基于野外调查和实际气温的资料, 试验设计了 2 种不同的初始含水量,

即 50% 和 100% 的田间持水量, 分别记为 T50 和 T100。用滴管向 PVC 环刀 (直径 5cm, 高 3 cm) 中加入实验设置水量, 随后用保鲜膜覆盖, 用针头在保鲜膜上扎小孔保持通气。结合当地的实际气温资料, 设置冻结温度为  $-15^\circ\text{C}$ , 解冻温度为  $10^\circ\text{C}$ 。把 PVC 土柱放入恒温培养箱  $4^\circ\text{C}$  平衡 2 h 后, 将样品放置到  $-15^\circ\text{C}$  下 11 h 模拟冻结现象, 然后放置在  $10^\circ\text{C}$  下 11 h 模拟解冻现象, 冻融和平衡水分时间一共为 24 h, 为 1 次冻融循环。下次冻融处理前称重并用滴管补充水分至实验设定的初始含水量。设置 5 个冻融循环处理, 分别为 0 次、3 次、6 次、12 次和 20 次冻融循环, 每个处理设置 3 个重复, 共有 30 个 PVC 土柱。分别在第 0、3、6、12 和 20 天进行采样, 每个处理每次破坏性采取 3 个 PVC 土柱, 后放入  $40^\circ\text{C}$  烘箱烘干备用。

### 1.3 指标测定

(1) 稀土氧化物浓度的测定。本文各粒级团聚体中稀土元素含量的测定采用碱熔法<sup>[25]</sup>。取 0.1250 g 土样放入氧化铝坩埚中, 然后加入 1.00 g 过氧化物 ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ) 混匀并在表面均匀覆盖 0.25 g  $\text{Na}_2\text{O}_2$ , 放于  $700^\circ\text{C}$  马弗炉中保温熔融 15 min。待冷却后从马弗炉中取出坩埚, 然后将其放入装有热水的烧杯中, 置于  $350^\circ\text{C}$  的电热板上加热溶解 3 h。冷却后, 用慢速定量滤纸过滤, 将滤纸上的沉淀冲洗到滴有酚酞的 250 mL 容量瓶中, 用 1% (质量分数) 硝酸 ( $\text{HNO}_3$ ) 冲洗沉淀至溶液无色时加入 2 mL 浓盐酸 (98%), 蒸馏水定容后转移 10 ml 溶液至离心管中, 密封保存, 上电感耦合等离子体质谱仪上 (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, ICP-MS) 测定。

(2) 稀土氧化物回收率计算。标记回收率用于表征 REOs 标记过程的有效率, 即在减去土壤背景值的基础上, 土样在湿筛前的 REOs 含量与  $500 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  的添加量的比值<sup>[16]</sup>。标记回收率越高, 标记过程中造成的损失越小。

稀土元素标记回收率的计算如下:

$$\text{LR}(\%) = \frac{\text{LC} - \text{BC}}{\text{AC}} \times 100 \quad (2)$$

式中, LR 为标记团聚体过程中的标记回收率 (%), LC 为标记后土壤中 REOs 的浓度 ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), BC 和

AC 为土壤中稀土元素的背景浓度和添加浓度(本研究中添加浓度为 500 mg·kg<sup>-1</sup>)。

湿筛回收率<sup>[16]</sup>为湿筛后 4 个粒级内 REOs 总质量与湿筛前标记土壤内 REOs 元素总质量的比值。其中,湿筛后各粒级团聚体内 REOs 含量,即为 REOs 实际吸附含量,通过上机测定 REOs 浓度后换算得到;结合各粒级团聚体质量及其 REOs 含量得到湿筛后土壤中 REOs 的总质量。湿筛回收率越高,反映出 REOs 与土壤颗粒结合能力越强,说明标记方法在后续冻融过程中所计算的团聚体周转路径越可靠。

湿筛后土壤中 REOs 的湿筛回收率(%):

$$WR(\%) = \frac{\sum_{i=1}^n w_i \times C_i - BC}{LC - BC} \times 100 \quad (3)$$

式中,WR 为湿筛后土壤中 REOs 的回收率(%)。w<sub>i</sub> 为湿筛后各团聚体的质量比例(%),C<sub>i</sub> 为湿筛后 REOs 在团聚体中的浓度(mg·kg<sup>-1</sup>),n 为团聚体分级数(n=4)。

#### 1.4 团聚体周转路径

本研究参照 Peng 等<sup>[15]</sup>REOs 示踪计算团聚体周转速率的方法来进行计算周转路径及其周转时间<sup>[16]</sup>,即 4 种示踪粒径的团聚体(图 1):A(5~2 mm 团聚体),B(2~0.25 mm 团聚体),C(0.25~0.053 mm 团聚体)和 D(<0.053 mm 团聚体)。如图 2 所示,4 种团聚体存在 12 条各级团聚体周转路径,分别为破碎方向的 a~f 6 种路径和形成方向的 g~l 6 种路径,时间 t<sub>1</sub> 至时间 t<sub>2</sub> 之间的传递可以总结为离散变换矩阵 K(t<sub>2</sub>-t<sub>1</sub>):

$$K(t_2 - t_1) = \begin{bmatrix} 1-a-d-f & g & j & l \\ a & 1-g-b-e & h & k \\ d & b & 1-j-h-c & i \\ f & e & c & 1-l-k-i \end{bmatrix} \quad (4)$$

式中,K(t<sub>2</sub>-t<sub>1</sub>) 为 A、B、C 或 D 从 t<sub>1</sub> 至 t<sub>2</sub> 时间内的质量百分比的变化。

在团聚体破碎(BD)或形成(BU)上,t<sub>1</sub>至 t<sub>2</sub> 培养期间 A、B、C 组分的质量百分比变化如下:

$$BD(A) = (a_{t_2} - a_{t_1}) + (d_{t_2} - d_{t_1}) + (f_{t_2} - f_{t_1}) \quad (5)$$

$$BD(B) = (b_{t_2} - b_{t_1}) + (e_{t_2} - e_{t_1}) \quad (6)$$

$$BD(C) = (c_{t_2} - c_{t_1}) \quad (7)$$

$$BU(A) = \frac{(g_{t_2} - g_{t_1}) \times m_B + (j_{t_2} - j_{t_1}) \times m_C + (l_{t_2} - l_{t_1}) \times m_D}{m_A} \quad (8)$$

$$BU(B) = \frac{(h_{t_2} - h_{t_1}) \times m_C + (k_{t_2} - k_{t_1}) \times m_D}{m_B} \quad (9)$$

$$BU(C) = \frac{(i_{t_2} - i_{t_1}) \times m_D}{m_C} \quad (10)$$

式中,m<sub>A</sub>、m<sub>B</sub>、m<sub>C</sub> 和 m<sub>D</sub> 为团聚体 A、B、C 和 D 的初始质量。在破碎方向,负值(BD<0)表示相对于初始条件的总体破碎较小,而正值表示(BD>0)更大的破碎。在形成方向上,正值表示(BU>0)相对于初始条件,累积量更多,而负值(BU<0)表示破碎。

各团聚体从 t<sub>1</sub> 至 t<sub>2</sub> 时间内的周转速率(TR)为:

$$TR(A) = \frac{|a_{t_1} - d_{t_1} + f_{t_1} - (a_{t_2} - d_{t_2} + f_{t_2})|}{t_2 - t_1} \quad (11)$$

$$TR(B) = \frac{|g_{t_1} + b_{t_1} + e_{t_1} - (g_{t_2} + b_{t_2} + e_{t_2})|}{t_2 - t_1} \quad (12)$$

$$TR(C) = \frac{|j_{t_1} + h_{t_1} + c_{t_1} - (j_{t_2} + h_{t_2} + c_{t_2})|}{t_2 - t_1} \quad (13)$$

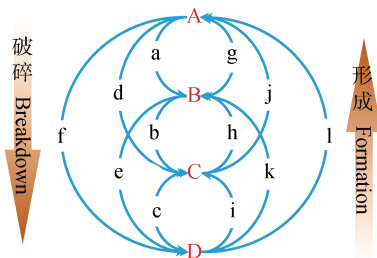
$$TR(D) = \frac{|l_{t_1} + k_{t_1} + i_{t_1} - (l_{t_2} + k_{t_2} + i_{t_2})|}{t_2 - t_1} \quad (14)$$

团聚体的周转时间为其周转速率的倒数。

#### 1.5 数据处理

采用 SPSS 20.0 统计分析软件利用单因素方差分析(One way-ANOVA)和 Duncan 法进行不同处理下不同指标之间的差异显著性检验(P<0.05),用 Pearson 检测平均质量直径与团聚体相对破碎与形成量的相关系数(SPSS Inc., Chicago, IL, USA)。采用 Origin 2017 (Origin Lab, Northampton, MA,

USA) 绘图软件进行作图, 图表中数据为平均值±标准差。



注: A, B, C 和 D 分别代表 5~2 mm, 2~0.25 mm, 0.25~0.053 mm 和 <0.053 mm 团聚体。字母 a~f 是破碎路径, g~l 是形成路径。Note: A, B, C and D stands for 5-2 mm, 2-0.25 mm, 0.25-0.053 mm and < 0.053 mm aggregates. The letters a-f are breakdown directions and g-l are buildup directions.

图 2 团聚体周转路径

Fig. 2 The 12 possible transformation pathways among four different aggregate size fractions

## 2 结果

### 2.1 REO<sub>s</sub> 标记回收率与湿筛回收率

土壤团聚体标记过程中稀土元素氧化物标记回收率为 62.87%~86.21%, 湿筛回收率为 91.23%~101.32% (表 2)。其中, Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的标记回收率和湿筛

回收率最高, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的标记回收率和湿筛回收率最低。经过冻融作用后, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的湿筛回收率分别为 83.77%~129.80%、89.26%~123.88%、91.52%~115.02% 和 84.83%~116.40% (表 3)。同一初始含水量下, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的湿筛回收率在 T50 处理下第 12 次冻融循环达到最高值分别为 129.80% 和 115.02%, Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的湿筛回收率在 T100 处理下第 20 次冻融循环达到最高值 123.88%, Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的湿筛回收率在 T50 处理下第 20 次冻融循环达到最高值 116.40%。同一冻融循环次数下, T50 处理下 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的湿筛回收率大于 T100 处理, 而 Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的湿筛回收率的变化趋势与之相反。

表 2 湿混法标记团聚体的稀土氧化物标记回收率和湿筛回收率

Table 2 The labelling recovery and wet sieving recovery (%) of REOs in aggregates

REO <sub>s</sub>	标记回收率	湿筛回收率
	Labelling recovery/%	Wet sieving recovery/%
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	62.87±4.86	91.23±1.09
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	63.24±1.94	95.97±3.34
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	86.21±4.06	101.32±1.16
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	72.34±3.28	96.24±4.18

表 3 不同处理下稀土氧化物湿筛回收率

Table 3 The wet sieving recovery of REOs in aggregates under different treatments

处理 Treatment	冻融次数 Freeze-thaw cycles	湿筛回收率 Wet sieving recovery/%			
		La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
		T50	3	95.54±2.30Ad	97.93±2.67Ab
	6	103.77±0.76Ac	99.88±0.33Ab	92.81±4.28Ad	99.80±0.82Ab
	12	129.80±3.08Aa	110.73±3.28Aa	115.02±3.91Aa	114.41±4.51Aa
	20	109.22±4.05Ab	112.66±1.86Ba	103.27±4.44Bb	116.40±3.03Aa
T100	3	88.27±2.91Bb	93.22±4.43Bc	91.52±6.13Bd	84.83±6.40Bd
	6	84.48±3.33Bc	89.26±2.12Bd	94.00±4.24Ac	92.26±4.10Bc
	12	83.77±2.94Bc	110.14±7.61Ab	104.23±1.59Bb	108.76±5.41Ba
	20	96.06±4.47Ba	123.88±5.77Aa	113.23±4.80Aa	102.15±5.78Bb

注: T50 代表田间持水量的 50%, T100 代表的是田间持水量的 100%。不同大写字母为同一冻融循环处理下, 不同初始含水量处理间在  $P < 0.05$  水平差异具有显著性; 不同小写字母为同一土壤初始含水量处理下, 不同冻融次数处理间在  $P < 0.05$  水平差异具有显著性。下同。Note: T50 represents 50% field water holding capacity and T100 represents 100% field water holding capacity. Different capital letters indicate significant differences among treatments with different water content ( $P < 0.05$ ), and different lower-case letters indicate significant differences among different freeze-thaw cycles ( $P < 0.05$ ). The same as below.

## 2.2 冻融循环对团聚体粒径分布及其水稳定性的影响

冻融循环显著降低了 >0.25 mm 团聚体和 <0.053 mm 团聚体的含量, 增加了 0.25~0.053 mm 团聚体的含量 ( $P<0.05$ , 表 4)。在 T50 处理下, 5~2 mm 团聚体含量随冻融循环次数的增加而降低; 与第 0 次相比, 5~2 mm 和 2~0.25 mm 团聚体含量分别在第 6 次和第 3 次冻融循环下显著降低了 63.4% 和 13.1% ( $P<0.05$ )。在 T100 处理下, 5~2 mm 和 2~0.25 mm 团聚体含量在第 3 次冻融循环时显著下降 ( $P<0.05$ ), 降低至 0 次处理下的 52.4% 和 78.9% ( $P<0.05$ )。在 T50 和 T100 处理下, 0.25~0.053 mm 团聚体在第 3 次冻融循环处理下显著增加, 其占比为 0 次处理下的 1.4 倍; 而 <0.053 mm 团聚体呈现先显著降低后增加的变化趋势 ( $P<0.05$ )。同一冻融循

环处理下, 5~2 mm 团聚体含量不受土壤初始含水量变化的影响 ( $P<0.05$ )。相比于 T50 处理, 2~0.25 mm 团聚体占比在 T100 处理下下降更为剧烈, 与 0 次相比, 经过 20 次冻融循环后, 2~0.25 mm 团聚体含量在 T50 和 T100 处理下分别下降了 6.6% 和 11.5%; 与 T100 处理相比, 0.25~0.053 mm 团聚体占比增幅在 T50 处理下更高, 与 0 次相比, 经过 20 次冻融循环后, 0.25~0.053 mm 团聚体含量在 T50 和 T100 处理下分别增加了 18.4% 和 17.7%。在第 6 次冻融循环下, 相比于 T50 处理, <0.053 mm 团聚体在 T100 处理下下降更加剧烈 (26.7% 与 38.5%)。总体而言, T50 和 T100 处理下 MWD 随冻融循环次数的增加显著降低 ( $P<0.05$ ); 同一冻融循环时, 高土壤初始含水量 (T100) 处理下 MWD 变化更为剧烈。

表 4 不同处理下土壤团聚体粒径分布和 MWD

Table 4 Aggregate size distributions and MWD under different treatments

处理 Treatment	冻融次数 Freeze-thaw cycles	团聚体组成比例 Aggregate size distribution/%				平均质量直径 MWD/mm
		5~2 mm 团聚体 5-2 mm aggregates	2~0.25 mm 团聚体 2-0.25mm aggregates	0.25~0.053 mm 团聚体 0.25-0.053 mm aggregates	<0.053 mm 团聚体 <0.053 mm aggregates	
		T50	0	0.41±0.11Aa	22.25±0.31Ba	
	3	0.32±0.04Aa	19.33±0.53Bb	58.06±0.76Aa	22.42±0.43Ac	0.32±0.01Bb
	6	0.15±0.03Ab	17.84±0.66Ab	60.12±1.44Aa	21.93±0.84Ac	0.31±0.01Ac
	12	0.13±0.14Ab	16.93±0.05Ab	55.93±2.65Aa	27.03±2.52Ab	0.29±0.01Ad
	20	0.11±0.13Ab	15.62±1.01Ab	60.33±0.53Aa	23.91±0.71Ac	0.28±0.01Ae
T100	0	0.42±0.12Aa	26.41±0.41Aa	43.24±1.52Ab	30.05±1.61Ba	0.39±0.01Aa
	3	0.22±0.13Ab	20.83±0.33Ab	58.82±0.81Aa	20.12±0.53Bb	0.34±0.00Ab
	6	0.14±0.11Ab	17.14±0.22Abc	60.81±0.33Aa	22.01±0.94Ab	0.30±0.00Bc
	12	0.21±0.04Ab	16.05±0.23Bc	57.31±0.31Aa	26.53±0.13Aa	0.29±0.00Bd
	20	0.23±0.03Ab	14.91±0.27Bc	60.92±1.02Aa	24.04±1.01Aa	0.28±0.00Be

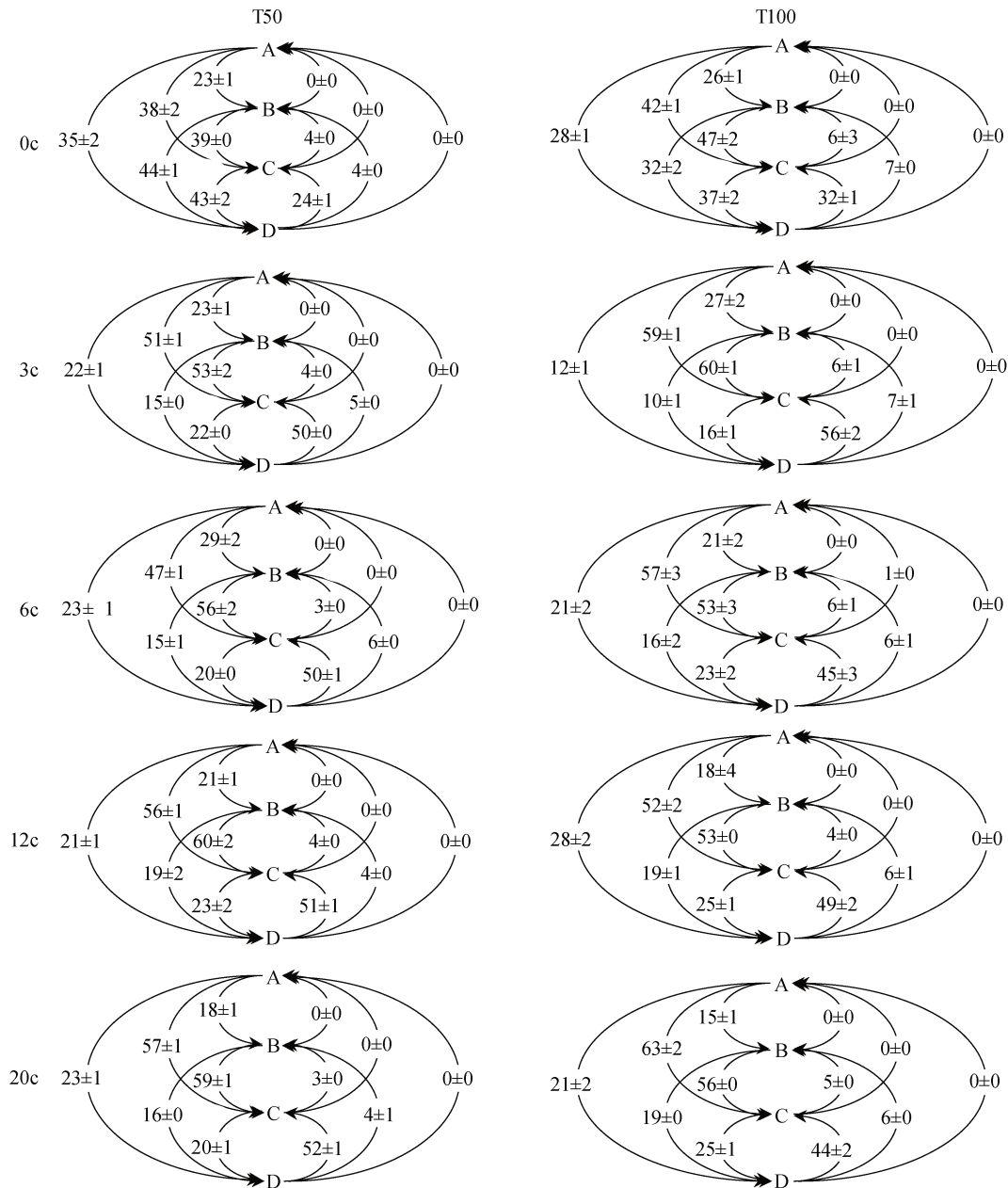
## 2.3 冻融循环对土壤团聚体周转路径的影响

根据各粒径团聚体中 REOs 浓度随时间的变化, 计算团聚体的周转路径 (图 3)。除 5~2 mm 团聚体在破碎方向外, 所有处理中相邻团聚体之间的转换更为强烈 (图 3)。以第 3 次冻融循环为例, 在破碎方向上, B→C 和 B→D 的破碎量在 T50 处理分别为 53% 和 15%, T100 处理下为 60% 和 10%; 在形成方向上, T50 处理 D→C 和 D→B 的

形成量分别为 50% 和 5%, T100 处理为 56% 和 7%。同一土壤初始含水量处理下, 冻融循环加剧了 >0.25 mm 团聚体的破碎和 <0.053 mm 团聚体的团聚, 表现为向 0.25~0.053 mm 团聚体粒径转化的趋势。与 0 次冻融循环相比, A→C、B→C 的破碎量和 D→C 的形成量在冻融循环处理下显著增加 ( $P<0.05$ )。以第 3 次冻融循环下 T100 条件为例, A→C、B→C 的破碎量和 D→C 形成量分别增加了

17%、13%和 24%。在同一冻融循环次数下，5~2 mm 团聚体向 0.25~0.053 mm 团聚体的破碎量在 T100 处理下显著高于 T50 处理。在第 3、6、12

和 20 次冻融循环时，T100 处理下 A→C 的破碎量分别为 59%、57%、52%和 63%，均显著高于 T50 处理下的 51%、47%、49%和 57% ( $P<0.05$ )。



注：A, B, C 和 D 分别代表 5~2 mm, 2~0.25 mm, 0.25~0.053 mm 和 <0.053 mm 团聚体。Note: A, B, C, and D represent 5-2 mm, 2-0.25 mm, 0.25-0.053 mm and < 0.053 mm aggregates.

图 3 冻融循环对不同初始含水量处理下土壤团聚体周转路径的影响

Fig. 3 Effects of freeze-thaw cycles on the turnover paths of soil aggregates under different initial water content treatments

#### 2.4 冻融循环对土壤团聚体相对变化量的影响

图 4 显示了在破碎和形成方向上团聚体的相对变化量。在破碎方向上，负值表示相对于初始条件的团聚体破碎较小，而正值表示破碎较大（图 4a）。

无论初始含水量如何，5~2 mm 团聚体的相对破碎量随着冻融循环次数的增加而增加，其中，T50 和 T100 处理下分别在第 6 次和第 20 次冻融循环达到最高值（0.03%）。<2 mm 团聚体的相对破碎量随着



冻融循环次数的增加呈现先减小后增加的趋势,在 T50 和 T100 处理下, 2~0.25 mm 的相对破碎量最小值分别出现在第 6 次和第 3 次 (0.15% vs. 0.09%), 0.25~0.053 mm 团聚体相对破碎量在第 3 次处理下最低 (0.23% vs. 0.21%)。在不同初始含水量条件下, 除第 0 次冻融循环外, T50 处理下 5~2 mm 团聚体的相对破碎量在第 6 次和第 12 次冻融循环时显著高于 T100 处理, 且在第 12 次处理下差值达到最大 (0.01%); <2 mm 团聚体的相对破碎量表现为 T100>T50 ( $P<0.05$ ), 且不同初始含水量下 2~0.25 mm 和 <0.053 mm 团聚体相对破碎量分别在第 3 次和第 6 次处理下达到最大差值, 分别为 0.06% 和 0.07%。在形成方向上, 正值表示相对于初始条件的团聚体有更多的形成, 而负值表示团聚体破碎 (图 4b)。0.25~0.053 mm 团聚体的相对形成量随冻融循环次数的增加而增加, T50 与 T100 处理均都在第 3 次冻融循环处理下达到最高值 (0.15% vs. 0.14%); 在同一冻融循环次数下, T50 处理下 0.25~0.053 mm 团聚体的相对形成量显著高于 T100 处理 ( $P<0.05$ )。冻融循环促进 5~

2 mm 团聚体的破碎, 该变化与土壤初始含水量无关。冻融循环过程中, 无论初始含水量多少, MWD 与各粒径团聚相对破碎量呈显著负相关 ( $P<0.05$ ), 而与相对形成量呈显著正相关 ( $P<0.05$ , 图 5)。

## 2.5 冻融循环对土壤团聚体周转时间的影响

在同一初始含水量下, 各粒径团聚体的周转时间随着冻融循环次数的增加而增加 (表 5)。以 T50 为例, 与第 3 次相比, 第 20 次冻融循环处理下各粒径团聚体周转时间分别增加了 18.12 倍、12.20 倍、5.85 倍和 6.33 倍。从各个粒径整体来看, <0.053 mm 团聚体周转时间最短, 0.25~0.053 mm 团聚体次之, 5~2 mm 团聚体周转时间最长。在不同初始含水量下, 除第 3 次冻融循环下的 0.25~0.053 mm 团聚体, 团聚体周转时间在 T100 处理下显著高于 T50 处理 ( $P<0.05$ )。相比于 T50 处理, T100 处理下 5~2 mm 团聚体的周转时间在第 12 次时相差最大, 增加了 1.99 倍; 2~0.25 mm、0.25~0.053 mm 和 <0.053 mm 团聚体周转时间在第 20 次时达到最大差值, 分别增加了 2.21 倍、1.73 倍和 2.63 倍。

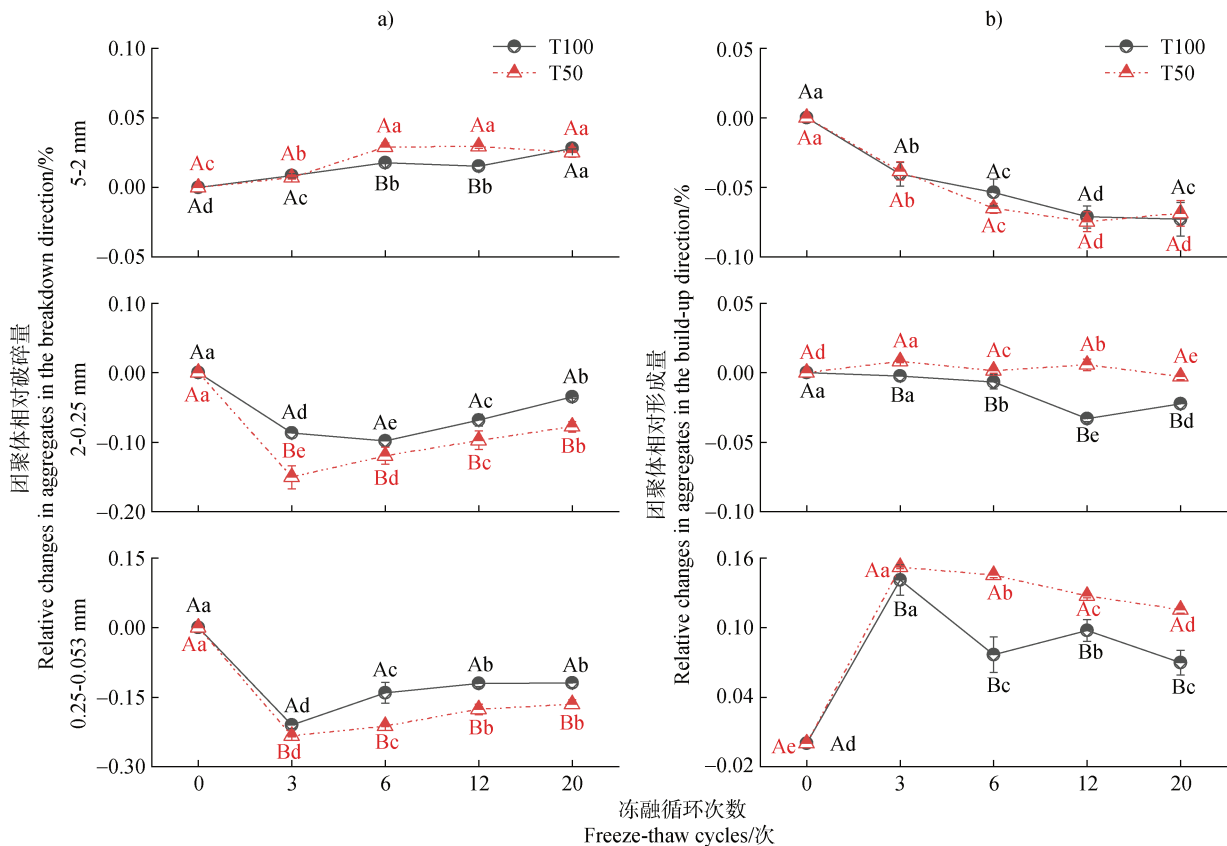


图 4 不同处理下土壤团聚体相对破碎 (a) 和形成量 (b)

Fig. 4 Relative changes in aggregates in the breakdown (a) and build-up (b) directions

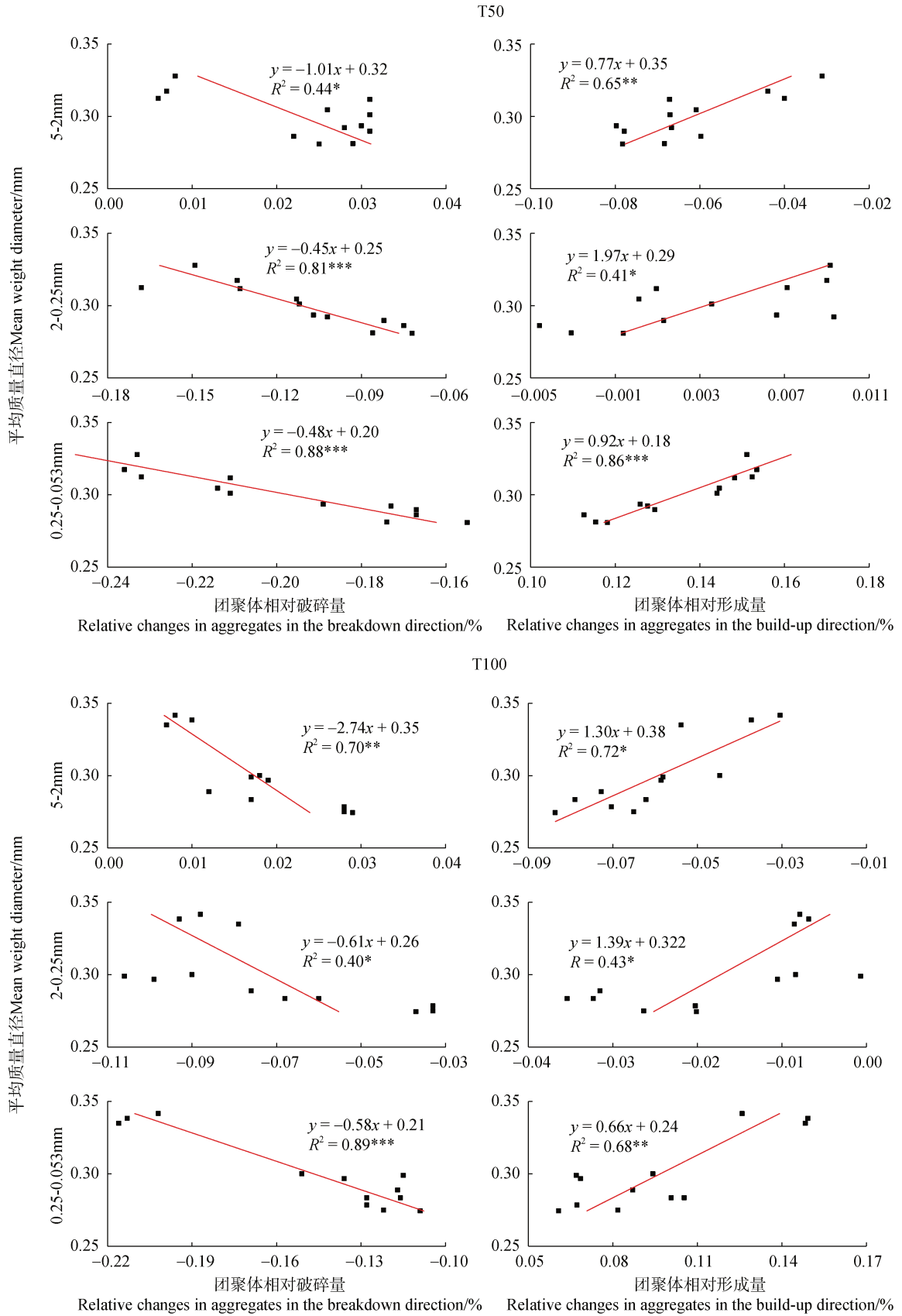


图 5 不同处理下平均质量直径与团聚体相对变化量的关系

Fig. 5 Relationships between MWD and relative changes of soil aggregates under different treatments.

表 5 不同处理下各粒径团聚体周转时间

Table 5 Aggregate turnover time under different treatments

处理 Treatment	冻融次数 Freeze-thaw cycles	团聚体周转时间 Aggregate turnover time/d			
		5~2 mm 团聚体 5-2 mm aggregates	2~0.25 mm 团聚体 2-0.25mm aggregates	0.25~0.053 mm 团聚体 0.25-0.053 mm aggregates	<0.053 mm 团聚体 <0.053 mm aggregates
T50	3	44.34±6.63Bd	20.54±2.65Bd	14.45±0.45Ac	11.45±0.54Bd
	6	209.45±23.35Bc	50.45±5.21Bc	25.45±0.54Bb	22.54±1.54Bc
	12	408.64±21.34Bb	122.11±17.12Bb	67.45±8.67Ba	59.87±4.45Bb
	20	803.34±94.54Ba	250.63±23.12Ba	84.54±9.54Ba	72.53±1.54Ba
T100	3	88.36±8.75Ac	34.87±3.21Ad	14.44±1.45Ad	13.92±1.54Ad
	6	336.54±15.54Ab	60.54±6.71Ac	44.56±7.54Ac	44.45±8.45Ac
	12	810.34±80.44Aa	172.14±20.12Ab	82.47±5.45Ab	81.45±10.54Ab
	20	945.54±46.54Aa	553.71±47.74Aa	146.36±12.45Aa	190.45±29.54Aa

### 3 讨论

本研究中稀土氧化物湿筛回收率为 91%~101% (表 2), 这一结果与 Zhang 和 Horn<sup>[13]</sup>得出的 84%~97%, Peng 等<sup>[15]</sup>计算的 82%~113%和 Rahman 等<sup>[21]</sup>公布的 82%~113%相似, 但高于 De Gryze 等<sup>[14]</sup>计算的 67%~115%。这是因为 De Gryze 等<sup>[14]</sup>通过干混法标记人为团聚体, 但未施加干湿循环; 而 Peng 等<sup>[15]</sup>发现干湿循环可以增加 REOs 与土壤颗粒表面的结合, 从而提高湿筛的回收率。本实验中由于标记过程中的损失导致实际添加量小于 500 mg·kg<sup>-1</sup>, 加之化学分析过程中的实验误差, 导致部分湿筛回收率大于 100%。结果表明经过冻融循环后湿筛回收率均大于 84%, 证明在冻融循环过程中 REOs 可以较好吸附于团聚体表面, 示踪团聚体形成和破碎过程。

本研究结果表明冻融循环作用会促进>0.25 mm 团聚体的破碎和<0.053 mm 团聚体的团聚, 致使 0.25~0.053 mm 团聚体累积, 导致 MWD 随着冻融循环次数的增加而降低 (图 3, 图 4 和表 4)。这与前人的研究结果一致<sup>[8-11]</sup>, 冻融循环会降低土壤团聚体的稳定性, 导致大团聚体的破碎。这是因为冻融作用的本质是土体内水分体积变化引起的土壤结构的变化,>0.25 mm 团聚体内部大孔隙较为明显<sup>[26]</sup>, 在经过冻融作用后, 孔隙内部的水分发生反复的膨

胀与收缩, 使得>0.25 mm 团聚体内部发生崩裂, 从而破碎成更小粒径团聚体; 而<0.053 mm 团聚体内部孔隙较少, 抗破碎能力较强, 并且具有较强的吸附作用, 与有机质和阳离子等团聚成大颗粒团聚体<sup>[6-7, 16]</sup>。而牛浩等<sup>[12]</sup>通过研究发现在 T50 处理下, 克山黑土 MWD 随着冻融循环次数的增加呈现先上升后下降的趋势。这可能是因为冻融循环作用下土壤颗粒之间原有的结构被破坏, 团聚体会发生新的破碎和团聚<sup>[27]</sup>, 二者处于动态平衡过程, 致使 MWD 出现不同的变化趋势<sup>[28]</sup>。本结果表明在同一冻融循环次数下, 5~2 mm 团聚体向 0.25~0.053 mm 团聚体的破碎量在 T100 处理下显著高于 T50 处理 ( $P<0.05$ , 图 3); 在 6 次冻融循环后, T50 处理下的 MWD 显著高于 T100 ( $P<0.05$ , 表 4)。这与孙义秋等<sup>[28]</sup>的研究结果相似, 随着初始含水量的增加, >2 mm 团聚体含量显著减小, <2 mm 团聚体含量显著增加, MWD 显著降低。王风等<sup>[23]</sup>的研究表明在相同冻结温度下, 含水量接近饱和对团聚体的破坏能力更强。娄鑫等<sup>[29]</sup>指出冻融循环时高含水率带给土壤大团聚体的崩裂压力要高于低含水率, 高含水量土壤在低温冰冻过程中对土壤孔隙影响更大<sup>[30]</sup>, 土壤颗粒间黏结力降低, 更易破碎。刘佳等<sup>[31]</sup>学者认为在不考虑其他因素情况下, 随着初始含水量的增加, 土壤中的水分越多, 冻结过程中迁移的水分越多, 迁移的时间越长, 从而使土壤冻融作用更为

强烈, 冻胀更为严重, 团聚体之间的黏结力变小, 团聚体破碎效应显著, 团聚体稳定性明显下降。

冻融循环过程中, 黑土团聚体周转时间为 11~945 d (表 5), 高于 Wang 等<sup>[22]</sup>得出的 41~168 d, 这可能是因为 Wang 等<sup>[22]</sup>的研究中将 >1 mm 的团聚体定义为大团聚体, 其含量占比高于本研究中的大团聚体 (>2 mm), 在冻融循环末期 >2 mm 团聚体含量降低至 0.1% (表 4), 导致测定的 REOs 浓度变异性增大。本研究中, 大团聚体 (>0.25 mm) 的周转时间高于微团聚体 (<0.25 mm) (20~945 d 与 11~190 d) (表 5)。而 De Gryze 等<sup>[14]</sup>指出淋溶土微团聚体的周转比大团聚体慢 (9~30 d 与 17~88 d), Peng 等<sup>[15]</sup>研究发现红壤大团聚体的周转时间短于微团聚体 (23~179 d 与 47~186 d), Rahman 等<sup>[21]</sup>则发现砂姜黑土 2~0.25 mm 团聚体的周转时间远小于 < 0.25 mm 团聚体 (68~143 d 与 146~1 148 d)。这可能是因为本研究中大团聚体含量较低, 在冻融循环作用下, 团聚体更容易破碎而难以团聚, 因此大团聚体的形成破碎周期更长, 其周转时间亦随之增加; 而在其他研究中, 外源有机物或微生物等的促进作用加快了大团聚体的形成过程<sup>[20]</sup>, 不稳定的大团聚体又参与破碎, 加快其周转速率。同一初始含水量处理下, 各粒径团聚体的周转时间随着冻融循环次数的增加显著增加 ( $P<0.05$ , 表 5)。这可能是一方面反复冻融循环增加土壤孔隙连通度<sup>[32]</sup>, 降低土壤颗粒团聚程度; 另一方面冻融循环影响了微生物群落结构和活性<sup>[33-34]</sup>, 进而减缓团聚体周转过程。同一冻融循环处理下, 随着初始含水量的增加, 团聚体的周转时间显著增加 ( $P<0.05$ , 表 5)。这可能与高土壤初始含水量下, 水分经过冻结与融化的时间更长<sup>[31]</sup>, 致使 >0.25 mm 团聚体转化为 0.25~0.053 mm 团聚体的时间更长有关。

## 4 结 论

冻融循环次数和土壤初始含水量通过影响团聚体的形成和破碎过程, 进而影响土壤团聚体稳定性的动态变化。冻融循环促进 >0.25 mm 团聚体的破碎和 <0.053 mm 团聚体的团聚, 使 0.25~0.053 mm 团聚体累积, 导致 MWD 降低, 且该变化过程受土壤初始含水量的调控。相比于高土壤初始含水量, 低土壤初始含水量处理下 2~0.053 mm 团聚体的相对

破碎量显著降低, 0.25~0.053 mm 团聚体的相对形成量显著增加。MWD 与各粒径团聚体相对破碎量呈显著负相关, 而与相对形成量呈显著正相关。冻融循环过程中, 除 5~2 mm 团聚体外, 相邻粒径团聚体之间的周转更为剧烈, 该现象与土壤初始含水量无关。总体而言, 冻融循环处理下, 团聚体周转时间随着冻融循环次数、土壤初始含水量和团聚体粒径的增加而增加。冻融循环下土壤结构的研究对阻控黑土地退化有重要意义, 有待考量多种因素的复合作用, 进一步探究田间实际状况下土壤结构的动态变化过程, 为提升耕地质量提供理论依据。

## 参考文献 (References)

- [ 1 ] He X L, Liu W X. The assessment and policy simulation of grain security of northeast China[J]. *Research of Agricultural Modernization*, 2012, 33( 6 ): 678—681. [何秀丽, 刘文新. 中国东北粮食安全评价及政策模拟[J]. *农业现代化研究*, 2012, 33( 6 ): 678—681.]
- [ 2 ] Wang J K, Xu X R, Pei J B, et al. Current situations of black soil quality and facing opportunities and challenges in northeast China[J]. *Chinese Journal of Soil Science*, 2021, 52( 3 ): 695—701. [汪景宽, 徐香茹, 裴久渤, 等. 东北黑土地地区耕地质量现状与面临的机遇和挑战[J]. *土壤通报*, 2021, 52( 3 ): 695—701.]
- [ 3 ] Gu S Y, Hu Y, Nie Y L, et al. Change of aggregate in agricultural reclamation Jiusan Administration Bureau black soil with different reclamation years[J]. *Journal of Northeast Agricultural University*, 2015, 46( 11 ): 56—62. [谷思玉, 胡洋, 聂艳龙, 等. 农垦九三管理局不同开垦年限农田黑土团聚体变化[J]. *东北农业大学学报*, 2015, 46( 11 ): 56—62.]
- [ 4 ] Zhang G H, Yang Y, Liu Y N, et al. Advances and prospects of soil erosion research in the black soil region of northeast China[J]. *Journal of Soil and Water Conservation*, 2022, 36( 2 ): 1—12. [张光辉, 杨扬, 刘瑛娜, 等. 东北黑土区土壤侵蚀研究进展与展望[J]. *水土保持学报*, 2022, 36( 2 ): 1—12.]
- [ 5 ] Liu Y L, Wang P, Wang J K. Formation and stability mechanism of soil aggregates: Progress and prospect[J]. *Acta Pedologica Sinica*, 2023, 60( 3 ): 627—643. [刘亚龙, 王萍, 汪景宽. 土壤团聚体的形成和稳定机制: 研究进展与展望[J]. *土壤学报*, 2023, 60( 3 ): 627—643.]
- [ 6 ] Six J, Bossuyt H, Degryze S, et al. A history of research on the link between (micro) aggregates, soil biota, and soil organic matter dynamics[J]. *Soil and Tillage Research*, 2004, 79( 1 ): 7—31.
- [ 7 ] Elliott E T, Coleman D C. Let the soil work for Us[J]. *Ecological Bulletins*, 1988( 39 ): 23—32.

- [ 8 ] Wang W G, Wang B, Gu W M, et al. Effect of freeze-thaw cycles on soil aggregate stability and microstructure of black soil[J]. *Journal of Soil and Water Conservation*, 2022, 36 ( 1 ): 66—73. [王文刚, 王彬, 顾汪明, 等. 冻融循环对黑土团聚体稳定性与微结构特征的影响[J]. *水土保持学报*, 2022, 36 ( 1 ): 66—73.]
- [ 9 ] Wang E H, Cruse R M, Chen X W, et al. Effects of moisture condition and freeze-thaw cycles on surface soil aggregate size distribution and stability[J]. *Canadian Journal of Soil Science*, 2012, 92 ( 3 ): 529—536.
- [ 10 ] Liu X J, Jing G C, Yang Y J, et al. Effects of alternate freezing and thawing on the structure of black topsoil[J]. *Science of Soil and Water Conservation*, 2015, 13 ( 1 ): 42—46. [刘绪军, 景国臣, 杨亚娟, 等. 冻融交替作用对表层黑土结构的影响[J]. *中国水土保持科学*, 2015, 13 ( 1 ): 42—46.]
- [ 11 ] Gu W M, Zhou J X, Wang B, et al. Effects of freeze-thaw cycle on the characteristics of black soil water-stable aggregates[J]. *Science of Soil and Water Conservation*, 2020, 18 ( 4 ): 45—52. [顾汪明, 周金星, 王彬, 等. 冻融循环作用对黑土水稳性团聚体特征的影响[J]. *中国水土保持科学*, 2020, 18 ( 4 ): 45—52.]
- [ 12 ] Niu H, Luo W Q, Wang J F, et al. Effects of freeze-thaw on the composition and stability of air-dried and water-stable aggregates of black soil in northeast China[J]. *Chinese Journal of Soil Science*, 2020, 51 ( 4 ): 841—847. [牛浩, 罗万清, 王晋峰, 等. 冻融对东北黑土风干团聚体与水稳性团聚体组成及稳定性的影响[J]. *土壤通报*, 2020, 51 ( 4 ): 841—847.]
- [ 13 ] Zhang B, Horn R. Mechanisms of aggregate stabilization in Ultisols from subtropical China[J]. *Geoderma*, 2001, 99 ( 1/2 ): 123—145.
- [ 14 ] De Gryze S, Six J, Merckx R. Quantifying water-stable soil aggregate turnover and its implication for soil organic matter dynamics in a model study[J]. *European Journal of Soil Science*, 2006, 57 ( 5 ): 693—707.
- [ 15 ] Peng X H, Zhu Q H, Zhang Z B, et al. Combined turnover of carbon and soil aggregates using rare earth oxides and isotopically labelled carbon as tracers[J]. *Soil Biology and Biochemistry*, 2017, 109: 81—94.
- [ 16 ] Liu S, Guo Z C, Pan Y B, et al. Rare earth oxides for labelling soil aggregate turnover: Impacts of soil properties, labelling method and aggregate structure[J]. *Geoderma*, 2019, 351: 36—48.
- [ 17 ] Liu S, Guo Z C, Halder M, et al. Impacts of residue quality and soil texture on soil aggregation pathways by using rare earth oxides as tracers[J]. *Geoderma*, 2021, 399: 115114.
- [ 18 ] Halder M, Liu S, Zhang Z B, et al. Effects of organic matter characteristics on soil aggregate turnover using rare earth oxides as tracers in a red clay soil[J]. *Geoderma*, 2022, 421: 115908.
- [ 19 ] Wang L, Wu W X, Ni S M, et al. Quantitative characterization of the turnover path of red soil aggregate in the splash process[J]. *Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering*, 2022, 38 ( 8 ): 115—123. [汪零, 吴文泉, 倪世民, 等. 溅蚀过程中红壤团聚体周转路径的定量表征[J]. *农业工程学报*, 2022, 38 ( 8 ): 115—123.]
- [ 20 ] Morris E K, Morris D J P, Vogt S, et al. Visualizing the dynamics of soil aggregation as affected by arbuscular mycorrhizal fungi[J]. *The ISME Journal*, 2019, 13 ( 7 ): 1639—1646.
- [ 21 ] Rahman M T, Zhu Q H, Zhang Z B, et al. The roles of organic amendments and microbial community in the improvement of soil structure of a Vertisol[J]. *Applied Soil Ecology*, 2017, 111: 84—93.
- [ 22 ] Wang X H, Yin L M, Dijkstra F A, et al. Rhizosphere priming is tightly associated with root-driven aggregate turnover[J]. *Soil Biology and Biochemistry*, 2020, 149: 107964.
- [ 23 ] Wang F, Han X Z, Li L H, et al. The effect of freezing and thawing processes on black soil aggregate stability[J]. *Journal of Glaciology and Geocryology*, 2009, 31 ( 5 ): 915—919. [王凤, 韩晓增, 李良皓, 等. 冻融过程对黑土水稳性团聚体含量影响[J]. *冰川冻土*, 2009, 31 ( 5 ): 915—919.]
- [ 24 ] Lu R K. Analytical methods for soil and agro-chemistry [M]. Beijing: China Agricultural Science and Technology Press, 2000. [鲁如坤. 土壤农业化学分析方法[M]. 北京: 中国农业科技出版社, 2000.]
- [ 25 ] Yang X L, Cui S, Yang M, et al. Determination of rare earth elements in polymetallic ore by inductively coupled plasma mass spectrometry after alkali fusion and ion exchange[J]. *Metallurgical Analysis*, 2011, 31 ( 3 ): 11—16. [杨小丽, 崔森, 杨梅, 等. 碱熔离子交换-电感耦合等离子体质谱法测定多金属矿中痕量稀土元素[J]. *冶金分析*, 2011, 31 ( 3 ): 11—16.]
- [ 26 ] Zhang Z, Ma W, Qi J L. Structure evolution and mechanism of engineering properties change of soils under effect of freeze-thaw cycle[J]. *Journal of Jilin University ( Earth Science Edition )*, 2013, 43 ( 6 ): 1904—1914. [张泽, 马巍, 齐吉琳. 冻融循环作用下土体结构演化规律及其工程性质改变机理[J]. *吉林大学学报 ( 地球科学版 )*, 2013, 43 ( 6 ): 1904—1914.]
- [ 27 ] Wang Q, Wang W J, He X Y, et al. Role and variation of the amount and composition of glomalin in soil properties in farmland and adjacent plantations with reference to a primary forest in north-eastern China[J]. *PLoS One*, 2015, 10 ( 10 ): e0139623.
- [ 28 ] Sun Y Q, Gu W M, Guan Y H, et al. Effect of freeze-thaw cycle on the fragmentation mechanism of black soil aggregates[J]. *Journal of Soil and Water Conservation*, 2021, 35 ( 3 ): 53—60. [孙义秋, 顾汪明, 关颖慧, 等.]

- 冻融循环作用对黑土团聚体破碎机制的影响[J]. 水土保持学报, 2021, 35 ( 3 ): 53—60.
- [ 29 ] Lou X, Gu Y, Zhang J H, et al. Effects of snow cover and freeze-thaw cycles on stability of surface soil aggregates in forest[J]. Journal of Beijing Forestry University, 2016, 38 ( 4 ): 63—70. [娄鑫, 谷岩, 张军辉, 等. 冬季积雪与冻融对土壤团聚体稳定性的影响[J]. 北京林业大学学报, 2016, 38 ( 4 ): 63—70.]
- [ 30 ] Jiang Y, Liu B, Fan H M, et al. Macropore structure characteristics of black soil under freeze-thaw condition[J]. Acta Pedologica Sinica, 2019, 56 ( 2 ): 340—349. [姜宇, 刘博, 范昊明, 等. 冻融条件下黑土大孔隙结构特征研究[J]. 土壤学报, 2019, 56 ( 2 ): 340—349.]
- [ 31 ] Liu J, Fan H M, Zhou L L, et al. Study on effects of freeze-thaw cycle on bulk density and porosity of black soil[J]. Journal of Soil and Water Conservation, 2009, 23 ( 6 ): 186—189. [刘佳, 范昊明, 周丽丽, 等. 冻融循环对黑土容重和孔隙度影响的试验研究[J]. 水土保持学报, 2009, 23 ( 6 ): 186—189.]
- [ 32 ] Jiang Y, Fan H M, Hou Y Q, et al. Characterization of aggregate microstructure of black soil with different number of freeze-thaw cycles by synchrotron-based micro-computed tomography[J]. Acta Ecologica Sinica, 2019, 39 ( 11 ): 4080—4087. [姜宇, 范昊明, 侯云晴, 等. 基于同步辐射显微 CT 研究冻融循环对黑土团聚体结构特征的影响[J]. 生态学报, 2019, 39 ( 11 ): 4080—4087.]
- [ 33 ] Henry H A L. Soil freeze-thaw cycle experiments: Trends, methodological weaknesses and suggested improvements[J]. Soil Biology and Biochemistry, 2007, 39 ( 5 ): 977—986.
- [ 34 ] Sharma S, Szele Z, Schilling R, et al. Influence of freeze-thaw stress on the structure and function of microbial communities and denitrifying populations in soil[J]. Applied and Environmental Microbiology, 2006, 72 ( 3 ): 2148—2154.

(责任编辑：檀满枝)