

# 热重-红外联用技术研究含油污染土壤 热脱附后尾气

程媯媯<sup>1</sup>, 孟子崧<sup>1</sup>, 陈传敏<sup>1</sup>, 贾文波<sup>1</sup>, 曹悦<sup>1</sup>, 郑晓坤<sup>2\*</sup>

(1. 华北电力大学, 河北省燃煤电站烟气多污染物协同控制重点实验室, 河北 保定 071003;  
2. 华北电力大学区域能源系统优化教育部重点实验室, 北京 102206)

**摘要:**采用热重-红外联用(TG-FTIR)技术,分析了含油污染土壤样品的热失重规律及脱附后尾气的相挥发物傅里叶变换红外光谱(FT-IR)谱图。结果表明,含油污染土壤的热分解主要分为3个阶段。第一热分解阶段主要是去除土壤中的水分和少量沸点较低的有机污染物。第二热分解阶段主要是去除土壤中大部分有机污染物。第三热分解阶段可能去除的是一些土壤中的高沸点有机物和热稳定化合物,有机污染物实际上只占土壤总质量的一小部分。通过分析含油污染土壤样品在300℃时的气相产物FT-IR,含油污染土壤样品微波热脱附后尾气可能含有单环芳烃、多环芳烃、烷烃(CH<sub>2</sub>、CH<sub>3</sub>)、芳胺、磺酰胺、有机硫酸酯、酮、羧酸、过氧化物。

**关键词:**热重-红外联用;冷凝;有机污染土壤;热脱附尾气

中图分类号:X51

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2026)S1-0152-04

DOI:10.16606/j.cnki.issn0253-4320.2026.S1.026

## Study on the tail gas from thermal desorption of oil-contaminated soil by TG-FTIR hyphenated technology

CHENG Miao-miao<sup>1</sup>, MENG Zi-yu<sup>1</sup>, CHEN Chuan-min<sup>1</sup>, JIA Wen-bo<sup>1</sup>,  
CAO Yue<sup>1</sup>, ZHENG Xiao-kun<sup>2\*</sup>

(1. Hebei Province Key Laboratory of Cooperative Control of Multi-pollutants from Coal-fired Power Plants, North China Electric Power University, Baoding 071003, China; 2. Key Laboratory of the Ministry of Education for Regional Energy System Optimization, North China Electric Power University, Beijing 102206, China)

**Abstract:** TG-FTIR hyphenated technology was employed to analyze the thermal weight loss law of oil-contaminated soil samples and the Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) spectrum of gaseous volatiles after desorption. The results showed that there are three main thermal decomposition stages of oil-contaminated soil. In the first thermal decomposition stage, the main process is the removal of moisture in the soil and a small amount of organic pollutants with low boiling points. The second thermal decomposition stage is mainly for the removal of most organic pollutants in the soil. The third thermal decomposition stage may involve the removal of some high-boiling-point organic substances and thermally stable compounds in the soil, and organic pollutants actually account for only a small part of the total mass of the soil. Through the analysis of the FT-IR of the gas-phase products of the oil-contaminated soil sample at 300℃, it was found that the tail gas of the oil-contaminated soil sample after microwave thermal desorption may contain monocyclic aromatic hydrocarbons, polycyclic aromatic hydrocarbons, alkanes (such as CH<sub>2</sub> and CH<sub>3</sub> groups), aromatic amines, sulfonamides, organic sulfates, ketones, carboxylic acids, and peroxides.

**Key words:** TG-FTIR; condensation; organic-contaminated soil; thermal desorption tail gas

根据《全国土壤污染状况调查公报》<sup>[1]</sup>,我国土壤环境总体状况不容乐观,部分地区土壤污染严重,尤其是工业废弃地等区域,石油类污染物超标现象普遍存在。

目前含油污染土壤热脱附技术是处理油类有机污染物有效的方式之一,热脱附技术分为原位热脱附和异位热脱附两种<sup>[2-5]</sup>。近年来热脱附技术逐渐应用于国内挥发性和半挥发性有机物污染场地,并且修复效率均在95%以上<sup>[6-8]</sup>。热脱附过程中产生

的尾气含有大量挥发性有机物(VOCs)、半挥发性有机物(SVOCs)。现有研究集中于热脱附过程中土壤的温度变化规律,而关于土壤热失重规律和尾气、尾水处理工艺方面研究较少<sup>[9-12]</sup>。了解含油污染土壤热脱附过程中的热失重规律,优化热脱附尾气尾水处理工艺参数,制定针对性处理方案是该技术的关键问题。

热重-红外联用技术(TG-FTIR)在各种有机、无机材料的热稳定性、分解过程、氧化与还原、吸附

收稿日期:2026-01-15;修回日期:2026-03-04

作者简介:程媯媯(1999-),女,硕士,研究方向为大气污染控制及污水处理,1310934380@qq.com;郑晓坤(1980-),女,硕士,研究方向为大气污染控制与防治,通讯联系人,zhengxiaokun2025@163.com。

与解吸、水分与挥发物测定及热分解机理方面得到了广泛应用<sup>[13-15]</sup>。本文采用 TG-FTIR 联用技术,以 4 个含油污染土壤样品为例,分析了含油污染土壤样品热失重规律及热脱附后尾气的气相挥发物傅里叶变换红外光谱(FT-IR)谱图。

## 1 实验部分

### 1.1 实验样品及仪器

共 4 个土壤样品,自配绝缘油污染土壤,绝缘油污染浓度为 5 000 mg/kg,作为校正用标样。配制方法:准确称取 100 g 预处理后的土壤,加入 50 mL 绝缘油四氯乙烯(10 g/L)溶液在水浴振荡器中振荡 24 h,转速设置为 150 r/min。在旋转蒸发器中蒸干溶液,之后放入通风橱中烘干 12 h,陈化 7 d。实际污染土壤样品取自某化工厂附近污染土壤,分别为实际含油污染土壤样品 1、实际含油污染土壤样品 2、实际含油污染土壤样品 3。

实验仪器:德国耐驰同步热分析仪,型号为 STA449 F5;德国布鲁克傅里叶变换红外光谱仪,型号为 Vertex 70/80。将上述两种仪器联用,组成热分析-红外光谱联用仪,分析不同含油污染土壤样品在微波加热过程中,不同时间挥发气体中的 FT-IR 谱图,从而推断气体中污染物成分。配备 OPUS 软件 NETZSCH-Proteus-61 软件和实时跟踪监测,可获得不同温度时间且与温度相对应的红外光谱图和热重分析图。

### 1.2 实验方法及条件

实验开始前先对仪器预热,将系统通入高纯度  $N_2$ ,将聚四氟乙烯管和红外气体池预热到 250℃,以防止热降解气相产物冷凝。之后进行空白背景实验,坩埚中不放样品, $N_2$  气氛流速为 20 mL/min,终点温度为 800℃,升温速率为 20℃/min。保存背景后开始实验。用电子天平取含油污染土壤样品 15 mg,放入坩埚中。为确保污染土壤中的有机污染物完全蒸出,设置目标温度为 800℃, $N_2$  气氛流速为 20 mL/min,升温速率为 20℃/min。FT-IR 采样参数为:分辨率 4  $cm^{-1}$ ,扫描方式为双面双向,扫描次数 8 次。

## 2 结果与讨论

### 2.1 热失重分析

自配污染土壤的失重率-失重速率(TG-DTG)曲线如图 1 所示。从 DTG 曲线中可以看出,该样品在热重实验过程中有 3 个热分解阶段,第一热分解

阶段的温度范围为 40~100℃,热失重速率峰值出现在 100℃左右,此时的失重率约为 1%,该阶段失重部分主要为土壤中的水分;第二热分解阶段的温度范围为 140~650℃,失重率约为 3.5%,第三热分解阶段的温度范围为 650~740℃,失重率约为 3.3%,第二热分解阶段和第三热分解阶段是土壤中有有机污染物的主要失重区。第二热分解阶段的最大热失重速率峰值约为 357.4℃,此时土壤失重率为 97.59%;第三热分解阶段的最大热失重速率峰值约为 701℃,此时土壤失重率为 94.15%。该样品在 795.1℃时停止加热,此时土壤失重率为 93.08%。对自配土壤进行热重实验可以得出,整个热重过程是一个连续的失重过程,仅失重速率快慢有差别,水分大概占土壤总质量的 1%左右,有机污染物占土壤总质量的 6%左右。

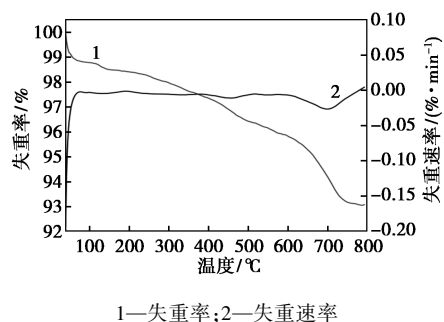


图 1 自配污染土壤的 TG-DTG 曲线

污染土壤样品 1 的 TG-DTG 曲线如图 2 所示,从 DTG 曲线中可以看出,该样品在热重实验过程中有两个热分解阶段,第一热分解阶段的温度范围为 100~500℃之间,该阶段的失重率约为 10%,热失重速率最大时温度约为 326.2℃,此时失重率约为 94.48%,该阶段失重部分主要为土壤中的水分和土壤中的大部分有机污染物;第二热分解阶段的温度失重范围为 600~750℃,失重率约为 2%,最大热失重速率峰值约为 625.4℃,其失重率约为 89.67%,第二热分解阶段从土壤中失重的为一些较难脱出的

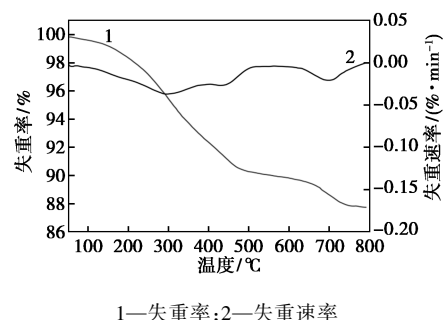
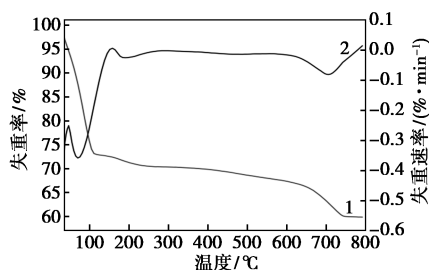


图 2 污染土壤样品 1 的 TG-DTG 曲线

有机物。该样品在 795.9℃ 时停止加热,此时土壤失重率为 87.73%。对污染土壤样品 1 进行热重实验可以得出,污染土壤样品 1 的水分占比较少,整个失重过程也是连续的,污染土壤样品 1 的有机污染物大约占土壤总质量的 13% 左右。

污染土壤样品 2 的 TG-DTG 曲线如图 3 所示,从 DTG 曲线中可以看出,该样品在热重实验过程中有 3 个热分解阶段,第一热分解阶段的温度范围为 40~110℃,该阶段失重率约为 26.80%,热失重速率最大时温度约为 75.5℃,其失重率约为 85.51%,该阶段失重部分主要为土壤中的水分,从 TG 曲线可以看出该土壤样品水分占比较大;第二热分解阶段的温度范围为 170~660℃,失重率约为 6.8%,热失重速率最大时温度约为 465.8℃,其失重率约为 69.97%。第三热分解阶段的温度范围为 660~740℃,热失重速率最大时温度约为 699.5℃,此时土壤失重率为 63.26%。第二热分解阶段和第三热分解阶段从土壤中失重的为土壤中的有机污染物。该样品在 796.3℃ 时停止加热,此时土壤失重率为 59.81%。对污染土壤样品 2 进行热重实验可以得出,污染土壤样品 2 的整个失重过程也是连续的,但该样品水分占比大,水分失重质量约占总失重质量的 65%,有机污染物大约占土壤总质量的 13% 左右。

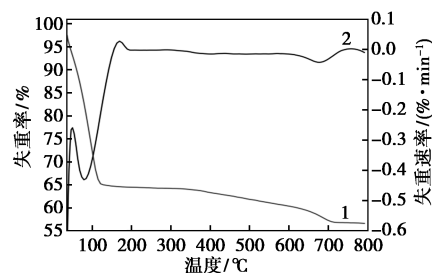


1—失重率;2—失重速率

图 3 污染土壤样品 2 的 TG-DTG 曲线

污染土壤样品 3 的 TG-DTG 曲线如图 4 所示,从 DTG 曲线中可以看出,该样品存在 3 个热分解阶段,第一热分解阶段的温度范围为 40~110℃ 之间,该阶段失重率约为 34.5%,最大热失重速率峰值约为 87.0℃,其失重率约为 78.80%,该阶段失重部分主要为土壤中的水分,从 TG 曲线可以看出该样品是所有污染土壤样品中水分占比最大的;第二热分解阶段的温度失重范围为 200~640℃,失重率约为 5.9%,最大热失重速率峰值约为 543℃,其失重率约为 61.18%。第三热分解阶段的温度失重范围为

640~740℃,最大热失重速率峰值约为 743.2℃,此时土壤失重率为 56.76%。第二热分解阶段和第三热分解阶段从土壤中失重的为土壤中的有机污染物。该样品在 796.3℃ 时停止加热,此时土壤失重率为 56.56%。对污染土壤样品 3 进行热重实验可以得出,污染土壤样品 3 的整个失重过程也是连续的,但该样品水分占比大,水分失重质量约占总失重质量的 66%,有机污染物大约占土壤总质量的 15% 左右。



1—失重率;2—失重速率

图 4 污染土壤样品 3 的 TG-DTG 曲线

## 2.2 热脱附气相挥发物 FT-IR 分析

图 5 为自配污染土壤分析和实际污染土壤 2 和实际污染土壤 3 成分分析,自配土壤和实际污染土壤 1 的红外谱图基本一致。由于实际含油污染土壤中污染物种类较复杂,较难准确判断具体污染物以及脱除先后顺序,通过尾气红外分析主要对尾气中可能含有的官能团以及对应的可能化合物进行分析。红外谱图中,1 075  $\text{cm}^{-1}$  处的吸收峰归属于 C=C 双键伸缩振动吸收峰,对应化合物为芳烃,包括单环芳烃和多环芳烃,单环芳烃如苯、甲苯、乙苯等沸点在 100℃ 左右,在热分解过程中较先脱除,多环芳烃如萘、蒽等沸点在 200~300℃ 以上,在热分解过程中脱除较慢;1 339、1 362  $\text{cm}^{-1}$  处的吸收峰归属于 C—H 弯曲振动或 C—N 伸缩振动和 S=O 伸缩振动,对应的化合物为烷烃如  $\text{CH}_2$ 、 $\text{CH}_3$ 、芳胺和磺酰胺;1 374、1 396  $\text{cm}^{-1}$  处的吸收峰明显归属于 C—H 弯曲振动,对应化合物应为烷烃  $\text{CH}_3$  和烷烃  $\text{C}(\text{CH}_3)_3$ ,同时 1 396  $\text{cm}^{-1}$  处的吸收峰也有可能归属于 S=O 伸缩振动,对应有机硫酸酯;1 436、1 457、1 473、1 489、1 497  $\text{cm}^{-1}$  处的吸收峰归属于 C=C 伸缩振动,对应化合物为芳烃;1 653、1 670  $\text{cm}^{-1}$  处的吸收峰归属于 N=O 伸缩振动,应为亚硝酸酯;1 684、1 699、1 717、1 734、1 750、1 772、1 792  $\text{cm}^{-1}$  处的吸收峰归属于 C=O 伸缩振动,对应的化合物可能为酮、羧酸、过氧化物。吸收峰对应的酮类包括酯基芳基酮、脂肪

酮、酯基醛、环戊酮、不饱和醛和芳醛;吸收峰对应的羧酸包括二聚饱和脂肪酸和脂肪族酯;过氧化物可能是油经过氧化形成的短链过氧化物。

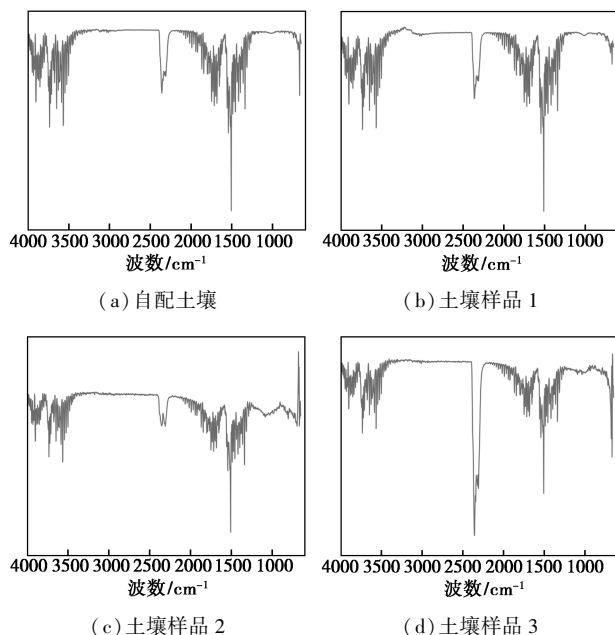


图5 各土壤样品在300℃时的气相产物FT-IR

在对含油污染土壤样品进行实验时,热脱附的失重规律为:首先脱除土壤中的水分和少量沸点较低的有机污染物。随着温度升高,脱除土壤中大部分有机污染物。温度升高到600℃后可能去除的是土壤中的高沸点有机物和热稳定化合物。有机污染物实际上只占土壤总质量的一小部分。谷兴家<sup>[16]</sup>使用气相色谱-质谱联用(GC-MS)技术对绝缘油污染土壤进行了分析并研究了绝缘油热脱附的机理,结果表明热脱附尾气冷凝油中脂肪烃含量和芳香烃含量与热脱附温度有密切联系,在不同温度区间蒸发或热解的物质不同。与本文实验结果相符合。

### 3 结论

本文采用热重-红外联用技术,分析了含油污染土壤样品热失重规律及热脱附过程尾气的气相挥发物FT-IR谱图,得到以下结论。

(1)在对含油污染土壤进行热重实验时,土壤的热分解阶段主要有3个。第一热分解阶段的峰值出现在80℃左右。第二热分解阶段的峰值出现在350~500℃之间。第三热分解阶段的峰值主要在700℃左右。

(2)热脱附的失重规律为:先脱除土壤中的水分和少量沸点较低的有机污染物。随着温度升高,脱除土壤中大部分有机污染物。温度升高到600℃

后去除的是一些土壤中的高沸点有机物和热稳定化合物。有机污染物实际只占土壤总质量的一小部分。

(3)本实验通过分析含油污染土壤在300℃时的气相产物FT-IR谱图,含油污染土壤样品热脱附后尾气可能含有单环芳烃、多环芳烃、烷烃如CH<sub>2</sub>、CH<sub>3</sub>、芳胺、磺酰胺、有机硫酸酯、酮、羧酸、过氧化物。其中烷烃和芳烃的吸收峰较强。

### 参考文献

- [1] 环境保护部,国土资源部.全国土壤污染状况调查公报[R/OL].(2014-04-17)[2026-03-13].[https://www.mee.gov.cn/gkml/sthjbgw/qt/201404/t20140417\\_270670.htm](https://www.mee.gov.cn/gkml/sthjbgw/qt/201404/t20140417_270670.htm).
- [2] 赵玉霞,杨珂.石油污染土壤修复技术研究综述[J].环境科技,2009,22(S1):60-63.
- [3] 邢汉君,蒋俊,李晶,等.有机氯农药污染土壤异位热脱附修复研究[J].湖南农业科学,2019,(11):62-64,68.
- [4] 赵中华,李晓东,陈彤,等.多氯联苯污染土壤热脱附研究综述[J].生态毒理学报,2016,11(2):61-68.
- [5] 刘珑,王殿生,曾秋孙,等.微波修复石油污染土壤升温特性影响因素的实验研究[J].环境工程学报,2011,5(4):898-902.
- [6] Zhao C, Dong Y, Feng Y, *et al.* Thermal desorption for remediation of contaminated soil: A review[J]. *Chemosphere*, 2019, 221: 841-855.
- [7] 赵涛,周宇,马刚平,等.焦化类污染场地原位热脱附修复效果试验[J].环境工程,2021,39(4):201-205.
- [8] 刘惠.污染土壤热脱附技术的应用与发展趋势[J].环境与可持续发展,2019,44(4):144-148.
- [9] Munholland J L, Mumford K G, Kueper B H. Factors affecting gas migration and contaminant redistribution in heterogeneous porous media subject to electrical resistance heating[J]. *Journal of Contaminant Hydrology*, 2016, 184(1): 14-24.
- [10] Hicknell B N, Mumford K G, Kueper B H. Laboratory study of creosote removal from sand at elevated temperatures[J]. *Journal of Contaminant Hydrology*, 2018, 219: 40-49.
- [11] Hegele P R, Mumford K G. Dissolved gas exsolution to enhance gas production and transport during bench-scale electrical resistance heating[J]. *Advances in Water Resources*, 2015, 79(5): 153-161.
- [12] 邵秋荣,孟昭建,陈谷峰,等.热重-红外联用技术应用研究进展[J].化学分析计量,2020,29(1):121-127.
- [13] 王琼,安亭,潘清,等.偶氮四唑胍盐的热分解机理[J].含能材料,2014,22(1):36-42.
- [14] 梁红爱.TGA-FTIR联用技术研究油岩的热解特性[J].中国石油和化工标准与质量,2014,34(3):48.
- [15] 柏继松,余春江,吴鹏,等.热重-红外联用分析垃圾衍生燃料的热解特性[J].化工学报,2013,64(3):1042-1048.
- [16] 谷兴家.矿物油污染土壤微波热脱附实验研究[D].保定:华北电力大学,2021. ■