

# 土壤中石油烃预处理及含量分析方法研究进展<sup>①</sup>

姜岩, 伍涛, 张贤明\*

(重庆工商大学废油资源化技术与装备教育部工程研究中心, 重庆 400067)

**摘要:** 本文综述了近年来土壤样品中石油烃的预处理及含量分析方法的研究现状, 其中预处理方法包括索氏萃取法、超声波萃取法、微波萃取法、超临界流体萃取法以及加速溶剂萃取法; 测定方法有重量法、紫外分光光度法、红外分光光度法、气相色谱-质谱法和高效液相色谱法等。同时, 对各种预处理和测定方法进行了归纳和比较, 并在此基础上, 对土壤样品中石油烃的预处理及含量分析方法的发展进行了展望。

**关键词:** 石油烃; 土壤; 预处理; 检测方法

**中图分类号:** X502

石油是 C15 ~ C36 的烷烃、多环芳烃(polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs)、烯烃等数百种物质组成的混合物<sup>[1]</sup>, 其最为主要的成分是石油烃。这类物质具有特殊的理化性质, 其中不乏难降解组分, 如 PAHs 等, 这部分物质一旦进入土壤中会形成累积效应, 继而破坏生态环境, 并威胁人类健康。因此, 石油烃污染土壤的治理一直是研究的热点。在各种处理技术中, 土壤石油烃含量的测定是评价土壤质量的前提, 已成为相关研究的基础。目前, 土壤石油烃含量的检测方法较多, 其中以红外分光光度法、气相色谱-质谱法等各种仪器分析法为主, 但无论采用何种具体的检测方法, 其关键均在于对土壤样品的预处理, 继而再选择满足要求的测定方法。因此, 本文从土壤样品的预处理和石油烃含量检测方法两方面入手进行了论述。

## 1 土壤样品的预处理方法

土壤样品的预处理是检测石油烃含量的重要环节, 一般利用有机溶剂萃取将石油烃从固相转移到有机相, 再经过柱层析法纯化后进行含量测定。目前, 索氏萃取法、超声波萃取法等是常用的方法。

### 1.1 索氏萃取法

索氏萃取法是利用溶剂在提取仪中连续循环回流的原理, 使溶剂浸润样品 16 ~ 72 h, 从而不断提取

目标成分的一种经典方法。国内有关索氏萃取法的文献报道很多<sup>[2-5]</sup>, 但在提取剂、提取时间上差别较大(表 1)。Fabbrì 等<sup>[6]</sup>比较了以 C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>、CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>、CH<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O/C<sub>6</sub>H<sub>12</sub> 作萃取剂对 PAHs 的提取效果, 结果表明 CH<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O/C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>(v : v=1 : 1) 更能有效地萃取低质量 PAHs 且毒性较低。索氏萃取法作为最成熟的预处理技术, 操作简单、成本低, 被广泛应用于从土壤中萃取挥发性低的石油烃组分, 但其存在提取时间长、溶剂耗量大、回收率低的缺点。

### 1.2 超声波萃取法

超声波萃取法是以超声波为能源, 加快萃取剂分子渗入样品内部的运动频率和速度, 使目标成分更容易被萃取的一种简便方法。Capelo 等<sup>[7]</sup>以平底容器替换锥形底或圆底容器进行萃取, 使颗粒物更容易聚集到超声波顶端, 减弱了空化作用。Masakorala 等<sup>[8]</sup>以 15 ml CH<sub>3</sub>Cl 作萃取剂, 超声 3 次, 每次 15 min, 萃取了 5 g 样品中的石油烃。王如刚等<sup>[9]</sup>比较了超声波萃取法、超声波-索氏萃取法、索氏萃取法对同一新鲜石油污染土壤的石油烃萃取回收率, 结果显示超声波-索氏萃取法回收率最高, 组合使用能够克服单一方法缺陷, 效果更好。超声波萃取法能量大、效率高、分析速度快<sup>[10]</sup>, 但有研究表明在一定条件下超声波可以使某些石油烃分解<sup>[11]</sup>, 这可能是导致超声波萃取法测定结果稳定性差的原因。

基金项目: 国家自然科学基金项目(21376285), 重庆市基础与前沿研究计划项目(CSTC2013jcyjA20014)和教育部平台科技项目(FYKF201510)资助。

\* 通讯作者(xmzhang@ctbu.edu.cn)

作者简介: 姜岩(1972—), 男, 山东人, 博士, 教授, 主要从事能源环境技术方面研究。E-mail: jiangyan@ctbu.edu.cn

表 1 索氏萃取法萃取石油烃  
Table 1 Extraction of petroleum hydrocarbon of Soxhlet extraction

样品质量(g)	过筛数目	萃取试剂/用量(ml)	温度( )	时间(h)	参考文献
10	200	CH <sub>3</sub> Cl/450	70	72	潘峰等 <sup>[2]</sup>
5	200	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> /CH <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O(v/v=1:1)/200	80	48	张谦栋等 <sup>[3]</sup>
100	-	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> /CH <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O(v/v=1:1)	80	36	卜庆伟等 <sup>[4]</sup>
2	60	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> /80	-	24	孙剑英等 <sup>[5]</sup>

### 1.3 微波萃取法

微波萃取法(MAE)是在密闭容器中让样品与溶剂直接接触,利用微波加热快速提取样品中目标成分的方法。Pastor 等<sup>[12]</sup>利用 MAE 以 C<sub>7</sub>H<sub>8</sub> 作萃取剂,功率 730 W 以上,萃取 6 min,有效地检测了土壤样品中的痕量 PAHs,萃取效率高达 99% 以上。徐晖等<sup>[13]</sup>研究了 MAE 在土壤中提取 PAHs 的条件,结果显示以 CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>/CH<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(v:v=1:1)作萃取剂,温度 60℃,萃取 30 min 时效果最佳。微波法自动化程度高、溶剂用量少、灵敏度高,是绿色样品预处理技术之一。

### 1.4 超临界流体萃取法

超临界流体萃取法(SFE)是指以超临界流体(CH<sub>3</sub>OH、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、CO<sub>2</sub> 等)作萃取剂,利用流体在临界点附近温度和压力的微小变化,使其具有很强溶解目标成分的原理。因此,SFE 的温度和压力是研究关注的重点。Al-Marzouqi 等<sup>[14]</sup>利用 SFE 从油饱和土壤中提取碳氢化合物,发现在 8 MPa 压力,40~60℃ 温度条件下,样品的原油萃取效率约为 2%~4%;但当压力为 30 MPa,温度 100℃ 时,萃取效率可达 72.4%,表明压力和温度上升引起了流体的密度和运动黏度变化,从而增加物质的溶解度。Geranmayeh 等<sup>[15]</sup>研究了 SFE 在土壤中的萃取条件,确定在压力 19 MPa、温度 328.15 K、CO<sub>2</sub> 流量 0.05 cm<sup>3</sup>/s,萃取 75 min 时效果最佳。Chiu 等<sup>[16]</sup>以干冰为原料制备超临界 CO<sub>2</sub>,减除了装置中的高压泵,只需两个不锈钢容器和两个水浴加热槽,简化了外围电用设备。SFE 具有高效快速、后处理简单、有毒溶剂使用少、自动化程度高等特点。

### 1.5 加速溶剂萃取法

加速溶剂萃取法(ASE)是在较高的温度和压力下用溶剂快速萃取目标成分的方法。Barra 等<sup>[17]</sup>曾以 CH<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O/C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>(v:v=1:1)为萃取剂,利用 ASE 有效地检测了土壤中的 PAHs。李建勇等<sup>[18]</sup>以 CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 作萃取剂,比较了快速溶剂萃取仪和超声法萃取土壤中石油烃的效果。结果显示,快速溶剂萃取仪更适合土壤中总石油烃的测定分析,尤其对于石油烃含量较高的土壤样品效果更为明显。ASE 通常以 CH<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O/C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>

或 CH<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O/CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>(v:v=1:1)作萃取剂,温度在 100℃,压力 1 200~1 500 psi 范围<sup>[19]</sup>。ASE 回收率高、精密度好、快速简便、能同时处理多个样品。

### 1.6 几种预处理方法的比较

传统的提取方法比较成熟,能满足一定要求的预处理条件,也可用来比较评价新预处理方法的萃取效果,但存在溶剂消耗量大、萃取时间长等缺点<sup>[20]</sup>。SFE、ASE 等新方法的出现,加速了分析进程、减少了有机溶剂的使用,而且自动化程度高,但由于所需压力和温度等条件较高需配置专门的设备,在实际推广应用上受到了一定限制。影响各种预处理方法的因素较多,尤其选择合适的萃取剂对每一种方法都至关重要。实际预处理中具体选择哪种方法,主要应该从样品自身性质、回收率高低、操作复杂程度、成本大小等方面综合考虑。从理论上说,土壤样品经过预处理后可适用于几种检测方法。

## 2 土壤样品中石油烃含量的检测方法

至今,我国关于土壤中石油烃含量还没有建立标准统一的检测分析方法,造成不同研究者的检测结果缺乏可比性,即便选用同一方法也有可能因为检测过程不统一而出现较大差异,给实际工作带来诸多不便。目前,重量法、红外分光光度法、色谱法等是常用的方法。

### 2.1 重量法

重量法是利用溶剂萃取样品中石油烃,然后用蒸发等手段使萃取剂挥发至恒重,再根据重量变化来测定石油烃含量。该方法在国外被广泛应用<sup>[21-24]</sup>。本课题组利用重量法进行了大量的土壤石油烃含量检测工作,发现该方法主要问题在于土壤中存在植物油等非石油烃成分干扰,因而造成测量值偏高;为消除干扰成分影响,采取了在氯仿提取物中加入 0.5 mol/L KOH-C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O 溶液皂化去除植物油的改进措施,这与蔡询等<sup>[25]</sup>报道相一致。重量法灵敏度低,沸点低于提取剂及挥发性高的石油烃操作中会有损失,操作也较复杂,但因其设备简单且相比其他方法不受标准油品的限制而应用广泛,尤其适用于测定石油烃含量较

高的土壤。

## 2.2 紫外分光光度法

紫外分光光度法是利用石油烃中含有共轭双键的化合物(215~235 nm)和芳香族苯环(250~260 nm)在紫外区波长有特征吸收峰的原理来测定其含量。紫外分光光度法的关键在于建立样品中石油烃含量和所测吸光度之间的关系式<sup>[26]</sup>。该法操作较为简单,常以毒性较低的石油醚作萃取剂,对芳烃类物质测量效果较好,但灵敏度仍然偏低,且对饱和烃、环烃测定效果不佳,准确度不高。

## 2.3 红外分光光度法

红外分光光度法是根据石油烃中 C-H 键伸缩振动在特征波长  $3\ 000\ \text{cm}^{-1}$  附近有不同吸收峰的强度原理来测定其含量。石油中的烷烃、环烃、芳烃占总体的 80%~90%,这 3 类烃中的 CH、CH<sub>2</sub> 和 CH<sub>3</sub> 构成了红外分光光度法测定的基础<sup>[27]</sup>。段友爱和谢海涛<sup>[28]</sup>利用红外分光光度法测定土壤中矿物油含量,实验表明该方法具有良好的线性关系、精密度和准确度,能够满足监测分析的要求。Couto 等<sup>[29]</sup>在样品预处理过程中做了改进,减少了溶剂用量和提取时间,并指出所选萃取剂在目标波长间隔区应透明且没有 C-H 键,否则会影响测定结果准确性。Paiga 等<sup>[30]</sup>通过实验发现红外分光光度法能测定不同石油污染

程度的土壤,但应注意消除土壤所含天然有机质对测定结果的影响。红外分光光度法能全面检测 C-H 键的伸缩振动,测量结果较准确、操作简单、受标准油的干扰小,可测定石油烃含量的范围较广。

## 2.4 荧光分光光度法

荧光分光光度法是基于石油烃中的芳香烃在紫外光的激发下,在特征波长 353~415 nm 有较强荧光发射特性的原理。王新伟等<sup>[31]</sup>根据获得的荧光光谱图,通过样品中荧光烃的峰面积值直接判断了该研究区内土壤中荧光烃类的相对污染程度,还通过荧光烃峰面积值间接计算了该样品中总有机物的质量分数,进而对其在空间上的分布特征进行快速分析。荧光分光光度法灵敏度较高,但只能测定石油烃中芳烃的含量,无法有效测定石油烃中直链烷烃的含量。

## 2.5 气相色谱-质谱联用法

气相色谱法(GC)利用不同物质在固定相和流动相分配系数的差别,因而具有很强的选择分离性。为增强分析效果GC一般与检测器联用,如气相色谱-火焰离子化检测器(GC-FID)<sup>[32-34]</sup>,但应用最广泛的还是气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)<sup>[35-38]</sup>,该方法多以氦(He)为载气、采取 1  $\mu\text{l}$  不分流的进样方式,但在其他的色谱/质谱分析条件上却有较大差别(表 2)。

表 2 GC-MS 分析土壤中石油烃及某些单烃组分

Table 2 Application of GC-MS method in analysing petroleum hydrocarbon and some single hydrocarbon components in soil

参考文献	分析对象	色谱柱型号	载气流速 (ml/min)	进样口温度 (°C)	升温程序	质谱扫描范围 (m/z)
杨慧娟等 <sup>[35]</sup>	脂肪烃	①	1.4	300	50 °C 保持 5 min, 以 20 °C/min 升至 310 °C 并保持 15 min	60~640
	芳香烃	①	1.4	280	50 °C 保持 3 min, 以 25 °C/min 升至 300 °C 并保持 5 min	60~640
胡迪等 <sup>[36]</sup>	正烷烃	②	1	300	60 °C 保持 1 min, 以 5 °C/min 升至 300 °C 并保持 20 min	40~600
	芳香烃	②	1	300	70 °C 保持 1 min, 以 5 °C/min 升至 220 °C, 再以 3 °C/min 升至 300 °C 并保持 20 min	50~400
王坚等 <sup>[37]</sup>	饱和烃	②	1	300	60 °C 保持 1 min, 以 5 °C/min 升至 300 °C 并保持 20 min	40~600
	芳香烃	②	1	300	70 °C 保持 1 min, 以 5 °C/min 升至 220 °C, 再以 3 °C/min 升至 300 °C 并保持 20 min	50~400
申圆圆等 <sup>[38]</sup>	石油烃	②	1.5	280	40 °C 保持 1 min, 以 5 °C/min 升至 200 °C 保持 5 min, 再以 10 °C/min 升至 300 °C 并保持 5 min	-

注: ①指 DB-5 石英毛细柱(30 m × 0.25 mm × 0.25  $\mu\text{m}$ ); ②指 HP-5-MS 石英毛细柱(30 m × 0.25 mm × 0.25  $\mu\text{m}$ )。

王坚等<sup>[37]</sup>利用 GC-MS 在不同条件下分析了土壤残油中链烷烃、PAHs、萜烷、甾烷及三芳甾烃等 5 类超过 100 种的石油烃单体。Saari 等<sup>[39]</sup>在测定石油烃时发现 GC 不分流进样模式,会降低高沸点化合物的含量,导致结果不准确,需对衬垫设计、入口温度和注射量进行优化设置。GC-MS 分离性能好、灵敏度高是重要的一种分析手段,被广泛用于测定总石

油烃及石油中的饱和烷烃、PAHs 等某些单组分,但在测定样品前需要先气化然后再进行分离分析,对于沸点高和热稳定性差的待测样品则不适合。

## 2.6 高效液相色谱法

高效液相色谱法(HPLC)具有较好的分析速度、分离效能,且灵敏度高,被广泛用于 PAHs 的定性定量检测<sup>[40]</sup>。HPLC 通常与其他检测器联合使用以提高

分析效果。Pasadakis 等<sup>[41]</sup>采用 HPLC-紫外二极管阵列检测器,准确地分析了重油中的芳香烃类化合物。张晓梅等<sup>[42]</sup>采用 HPLC-荧光检测法对 15 种优先检测的 PAHs 进行了定量分析。HPLC 对试样的要求不受其挥发性的限制,只要求试样能制成溶液,适用于分析高沸点、相对分子量大的石油烃组分。

### 3 结语

当前土壤中石油烃含量检测分析方法较多,其关键环节在于土壤样品的预处理,它往往是测定误差的主要来源。通过对比几种测定方法发现,重量法、红外分光光度法只能测定土壤样品中总石油烃含量,紫外分光光度法、荧光分光光度法则主要用于测定石油烃中以芳烃形式存在的物质;GC-MS 能检测分析总石油烃及石油烃中单烃组分的含量,而 HPLC 则被广泛用于分析测定 PAHs。

展望未来,首先应建立标准统一的检测分析方法,以便指导实际工作有序开展。其次,应重点研发操作简便、灵敏度高、运行成本低、环境污染小的分析仪器。另外,考虑到样品转送中石油烃组分损失的问题,以及某些情况下需现场快速判断土壤的污染程度,因此开发土壤中石油烃含量的现场检测分析技术也将是今后的一个发展趋势。

### 参考文献:

- [1] 任红艳, 史学正, 庄大方, 徐新良, 江东, 于信芳. 基于可见-近红外反射光谱的油区农田土壤石油烃含量估测研究[J]. 土壤, 2013, 45(2): 295-300
- [2] 潘峰, 陈丽华, 付素静, 梁俊宁, 马金珠. 石油类污染物在陇东黄土塬区土壤中迁移的模拟试验研究[J]. 环境科学学报, 2012, 32(2): 410-418
- [3] 张谦栋, 刘敏, 欧冬妮, 杨毅, 李勇. 不同萃取方法对长江口边滩多环芳烃萃取效果的影响[J]. 环境污染与防治, 2011, 33(10): 15-18
- [4] 卜庆伟, 王亮, 张枝焕, 李海兵. 天津表层土中饱和烃污染物的组成与分布特征[J]. 生态环境, 2007, 16(2): 296-304
- [5] 孙剑英, 刘五星, 骆永明, 丁琳琳, 马婷婷, 黄玉娟, 徐旭士, 李振高. 气相色谱-质谱法测定含油污泥污染土壤中的多环芳烃[J]. 土壤, 2013, 45(1): 111-115
- [6] Fabbri D, Rombola AG, Torri C, Spokas KA. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in biochar and biochar amended soil[J]. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2013, 103: 60-67
- [7] Cpelo JL, Galesio MM, Felisberto GM, Vaz C, Pessoa JC. Micro-focused ultrasonic solid-liquid extraction (muFUSLE) combined with HPLC and fluorescence detection for PAHs determination in sediments: Optimization and linking with the analytical minimalism concept[J]. Talanta, 2005, 66(5): 1272-1280
- [8] Masakorala K, Yao J, Chandankere R, Liu H, Liu WJ, Cai MM, Choi MMF. A combined approach of physicochemical and biological methods for the characterization of petroleum hydrocarbon-contaminated soil[J]. Environmental Science and Pollution Research, 2014, 21(1): 454-463
- [9] 王如刚, 王敏, 牛晓伟, 唐景春. 超声-索氏萃取-重量法测定土壤中总石油烃含量[J]. 分析化学, 2010, 38(3): 417-420
- [10] Tor A, Aydin ME, Ozean S. Ultrasonic solvent extraction of organochlorine pesticides from soil[J]. Analytica Chimica Acta, 2006, 559(2): 173-180
- [11] Flores R, Blass G, Dominguez V. Soil remediation by an advanced oxidative method assisted with ultrasonic energy[J]. Journal of Hazardous Materials, 2007, 140(1/2): 399-402
- [12] Pastor A, Vazquez E, Ciscar R, Delaguardia M. Efficiency of the microwave-assisted extraction of hydrocarbons and pesticides from sediments[J]. Analytica Chimica Acta, 1997, 344(3): 241-249
- [13] 徐晖, 吕丽丽, 丁宗庆, 姚进荣, 潘文慧, 曾强, 廖颖, 朱金森, 程靖. 微波辅助萃取-高效液相色谱法测定土壤中多环芳烃[J]. 华中师范大学学报(自然科学版), 2008, 42(4): 565-568
- [14] Al-Marzouqi AH, Zekri AY, Jobe B, Dowaidar A. Supercritical fluid extraction for the determination of optimum oil recovery conditions[J]. Journal of Petroleum Science and Engineering, 2007, 55(1/2): 37-47
- [15] Geranmayeh A, Mowla A, Rajaei H, Esmaeilzadeh F, Kaljahi JF. Extraction of hydrocarbons from the contaminated soil of Pazanan II production unit by supercritical carbon dioxide[J]. The Journal of Supercritical Fluids, 2012, 72: 298-304
- [16] Chiu KH, Yak HK, Wai CM, Lang Q. Dry ice-originated supercritical and liquid carbon dioxide extraction of organic pollutants from environmental samples [J]. Talanta, 2005, 65(1): 149-154
- [17] Barra R, Popp P, Quiroz R, Bauer C, Cid H, Tumpling WV. Persistent toxic substances in soils and waters along an altitudinal gradient in the Laja River Basin, Central Southern Chile[J]. Chemosphere, 2005, 58(7): 905-915
- [18] 李建勇, 李晓明, 王飞, 包海英, 谢文军. 利用快速溶剂萃取仪测定土壤中总石油烃[J]. 分析测试学报, 2012, 31(12): 242-245
- [19] 王潇磊, 王玲玲, 李斐. 土壤中多环芳烃的 ASE 前处理方法研究[J]. 环境科学导刊, 2009, 28(5): 1-2
- [20] Hollender J, Koch B, Lutermann C, Dott W. Efficiency of different methods and solvents for the extraction of polycyclic aromatic hydrocarbons from soils[J]. International Journal of Environmental and Analytical Chemistry, 2002, 83(1): 21-32
- [21] Mills MA, McDonald MJ, Bonner JS, Simon MA, Autenrieth RL. Method for quantifying the fate of petroleum in the environment[J]. Chemosphere, 1999, 39(14): 2563-2582
- [22] Richter BE. Extraction of hydrocarbon contamination from soils using accelerated solvent extraction[J]. Journal of Chromatography A, 2000, 874(2): 217-224

- [23] Liang S, Tilotta DC. Determination of total petroleum hydrocarbons in soil by dynamic on-line supercritical fluid extraction with infrared photometric detection[J]. *Journal of Chromatography A*, 2003, 986(2): 319–325
- [24] Villalobos M, Avila-Forcada AP, Gutierrez-Ruiz ME. An improved gravimetric method to determine total petroleum hydrocarbons in contaminated soils[J]. *Water, Air, and Soil Pollution*, 2008, 194(1/4): 151–161
- [25] 蔡徇. 土壤中石油类污染物的测定方法[J]. *油气田地面工程*, 2011, 8(8): 40–41
- [26] 陈丽华, 马金珠, 雒晓芳, 杨琴. 添加混合菌剂对石油污染土壤的降解[J]. *中南大学学报(自然科学版)*, 2012, 43(11): 4 581–4 589
- [27] 黄钟霆, 彭锐, 于磊. 红外分光光度法测定水体中石油类及萃取剂的选择[J]. *光谱实验室*, 2010, 27(2): 655–657
- [28] 段友爱, 谢海涛. 土壤中矿物油含量测定方法的研究[J]. *环境科学导刊*, 2011, 30(1): 82–83
- [29] Couto MN, Borges JR, Guedes P, Almeida R, Monteiro E, Almeida CMR, Basto MCP, Vasconcelos MTSD. An improved method for the determination of petroleum hydrocarbons from soil using a simple ultrasonic extraction and fourier transform infrared spectrophotometry[J]. *Petroleum Science and Technology*, 2014, 32(4): 426–432
- [30] Paiga P, Mendes L, Albergaria JT, Delerue-Matos CM. Determination of total petroleum hydrocarbons in soil from different locations using infrared spectrophotometry and gas chromatography[J]. *Chemical Papers*, 2012, 66(8): 711–721
- [31] 王新伟, 钟宁宁, 吕文海, 朱雷, 杨策, 张枝焕. 荧光光谱法快速检测土壤中荧光烃类污染物[J]. *生态环境*, 2007, 16(4): 1 184–1 188
- [32] Rauckyte T, Zak S, Pawlak Z, Oloyede A. Determination of oil and grease, total petroleum hydrocarbons and volatile aromatic compounds in soil and sediment samples[J]. *Journal of Environmental Engineering and Landscape Management*, 2010, 18(3): 163–169
- [33] Krupcik J, Oswald P, Oktavec D, Armstrong WD. Calibration of GC-FID and IR spectrometric methods for determination of high boiling petroleum hydrocarbons in environmental samples[J]. *Water, Air, and Soil Pollution*, 2004, 153(1/4): 329–341
- [34] Li JH, Zhang JT, Lu Y, Chen YQ, Dong SS, Shim H. Determination of total petroleum hydrocarbons (TPH) in agricultural soils near a petrochemical complex in Guangzhou, China[J]. *Environmental Monitoring and Assessment*, 2012, 184(1): 281–287
- [35] 杨慧娟, 刘五星, 骆永明, 黄玉娟, 孙剑英, 徐旭士. 气相色谱-质谱法分段测定土壤中的可提取总石油烃[J]. *土壤*, 2014, 46(1): 134–138
- [36] 胡迪, 李川, 董倩倩, 李立明, 李广贺. 油田区土壤石油烃组分残留特性研究[J]. *环境科学*, 2014, 35(1): 227–232
- [37] 王坚, 张旭, 李广贺. 油田污染土壤残油组成与特征参数分析[J]. *环境科学*, 2012, 33(4): 1353–1360
- [38] 申圆圆, 王文科, 李春荣. 红三叶草根际区石油降解菌的筛选及降解性能[J]. *环境工程学报*, 2012, 6(12): 4 676–4 680
- [39] Saari E, Peramaki P, Jalonen J. Evaluating the impact of GC operating settings on GC-FID performance for total petroleum hydrocarbon (TPH) determination[J]. *Microchemical Journal*, 2010, 94(1): 73–78
- [40] 范福强, 豆俊峰, 丁爱中, 陈海英, 杜勇超. 超声萃取-高效液相色谱法测定土壤中高环多环芳烃的研究[J]. *北京师范大学学报(自然科学版)*, 2011, 47(3): 296–299
- [41] Pasadakis N, Gaganis V, Varotsis N. Accurate determination of aromatic groups in heavy petroleum fractions using HPLC-UV-DAD[J]. *Fuel*, 2001, 80(2): 147–153
- [42] 张晓梅, 张竹青, 黄文鹏. 超声萃取-高效液相色谱法测定土壤中多环芳烃[J]. *环境科学与管理*, 2010, 35(7): 124–127

## Research Progresses of Pretreatment and Determination Methods for Petroleum Hydrocarbons in Soils

JIANG Yan, WU Tao, ZHANG Xian-ming\*

(*Engineering Research Center for Waste Oil Recovery Technology and Equipment of Ministry of Education, Chongqing Technology and Business University, Chongqing 400067, China*)

**Abstract:** In this paper, the recent progresses of pretreatment and determination for petroleum hydrocarbons in soils were reviewed, including extraction methods such as Soxhlet extraction, ultrasonic extraction, microwave extraction, supercritical fluid extraction and accelerated solvent extraction as well as the determination methods including weight, ultraviolet spectrophotometer, infrared spectrophotometry, gas chromatography-mass spectrum and high performance liquid chromatography. And the methods of pretreatment and determination were summarized and compared and future developments of sample pretreatment and determination techniques were also presented.

**Key words:** Petroleum hydrocarbon; Soil; Pretreatment; Determination method