

# Research on Distribution Characteristics and Complexation Effect of Surface Alkane in Construction Site under Laboratory Conditions

Gang Lei

Guangdong Polytechnic of Water Resources and Electric Engineering, Guangzhou, Guangdong, 510925, China

## Abstract

The surface soil of a construction site in Conghua district was collected to extract and purify soil alkanes for gas chromatography analysis, and urea complex method was used to explore the composition of n-alkanes. The results show that urea complex method can effectively remove the isomeric components of alkanes, which is beneficial to gas chromatography analysis; the topsoil of the project construction area is rich in leaf paraffin hydrocarbons, and most of them are contaminated by petroleum. This study is helpful to improve the recognition of surface soil alkane distribution and to guide engineering construction departments to strengthen oil pollution control in construction areas.

## Keywords

engineering construction; regional topsoil; alkanes; distribution characteristics; complexation effect

# 实验室条件下工程建设区域表土烷烃分布特征及络合效果研究

雷钢

广东水利电力职业技术学院, 中国·广东 广州 510925

## 摘要

通过采集从化区某工程建设用地表层土壤, 抽提、纯化土壤烷烃进行气相色谱分析, 并采用尿素络合法探究正构烷烃的组成。结果表明, 尿素络合法能够有效去除烷烃里的异构组分, 有利于气相色谱分析; 工程建设区表土富含植物的叶蜡烷烃成分, 且多数存在石油污染问题。本研究对于提高表层土壤的烷烃分布认知, 有助于指导工程建设部门加强建设区域的油污管控力度。

## 关键词

工程建设; 区域表土; 烷烃; 分布特征; 络合效果

## 1 引言

烷烃组分是植物表皮叶蜡的主要组成部分, 主要作用为维持叶片表面的水分平衡, 保护叶片免受细菌和微生物损伤。烷烃在植物的生命周期中意义重大, 当植物凋亡后, 烷烃可以随腐烂植物体保存于土壤中。植物的烷烃成分一般不易发生降解, 能较真实地反映植物体表皮叶蜡成分的原始烷烃分布。

在实验室条件下分析烷烃的各碳数组成时, 通常采用气相色谱法对烷烃各组分进行分离, 再利用气相色谱-同位素质谱仪对不同碳数烷烃的同位素进行分析。为了提高分析

测试的准确度和可信度, 一般需要将提取的烷烃样品进行分离、纯化、富集, 以减少未分峰和共流出对仪器分析的干扰。对土壤的烷烃组分进行分离纯化实验方法通常为尿素络合法、5Å 分子筛法 (1Å=10<sup>-10</sup> 米), 5Å 分子筛法用天然或人工沸石, 分子内含有大量水分, 加热脱水产生许多大小相同的孔穴, 能把比它孔径小的物质吸附在孔穴中, 以便与其他孔径的分子分开, 并且有优良的选择吸附性, 5Å 分子筛法不吸附支链烷烃和环烷烃。

分子筛法受环境因素影响较大, 该法最大缺点是对浓度不高的烷烃样品的回收率低, 尿素络合法的特点是, 在不同碳数的烷烃组分 (C<sub>17</sub>-C<sub>33</sub>) 范围内适用, 且实验室操作易上手<sup>[1]</sup>。尿素络合法分离富集正构烷烃在石油化工行业、古地质体研究、古环境研究等多领域均有较为广泛应用, 在这些实验室条件的应用中, 尿素络合法较为常见。

【作者简介】雷钢 (1991-), 男, 中国安徽六安人, 工程师, 环境工程, 硕士, 从事环境工程技术、环境污染治理研究。

## 2 样品采集与烘干

研究样品采集于广州市从化区温泉镇附近某工程建设现场,外观为浅红棕色土壤,含粉砂质。样品送回实验室后,首先将其中小树枝、碎石等杂物挑出,然后用锡箔纸包裹放置烘箱中 60℃ 烘干 12 小时。烘干后的样品进行研磨,过 200 目孔径的样品筛之后装样品袋,写好标签,待实验分析。

## 3 实验仪器与条件

超声波萃取仪、旋转蒸发器、氮吹仪、气相色谱仪等。气相色谱仪器型号为 Agilent 6890 气相色谱仪, FID 检测器。

试剂: 甲醇、二氯甲烷、正己烷、KOH、尿素等,均为色谱纯或分析纯。

## 4 实验流程与方法

### 4.1 烷烃组分提取

称取 3g 土壤样品,进行超声波抽提,加入色谱纯试剂甲醇 3 次、甲醇:二氯甲烷(1:1, v:v) 3 次、二氯甲烷 3 次。将三轮抽提液混合,经过旋转蒸发器浓缩后加入质量浓度为 6% 的 KOH 甲醇溶液,在 60℃ 下进行 6h 的水解反应。之后加入正己烷萃取上层液 3 次,将萃取液进行浓缩装入 2mL 小玻璃瓶。

### 4.2 烷烃分离及纯化

对上一步实验得到的脂类总组分进行柱分离。使用正己烷:二氯甲烷(9:1, v:v) 洗脱非极性馏分,得到烷烃组分。将烷烃组分尿素络合后,再通过气相色谱分析测试。

### 4.3 烷烃尿素络合

为获得成分干净的正构烷烃谱图分析,以及为后续同位素测试做准备,需要将以上得到的烷烃组分进行尿素络合分析。通常采用以下方法<sup>[1]</sup>配制尿素过饱和溶液。称取适量尿素晶体放入烧杯中,加入甲醇,边加热边摇晃使之完全溶解,然后静置至尿素溶液完全冷却结晶。倒去液相部分,重新加入甲醇,再加热溶解,冷却结晶,倒去液相部分。如此反复 3 次使尿素纯化。最后加入适量甲醇,配制尿素过饱和溶液。

正构烷烃的纯化:将提取得到的烷烃组分(置于 2ml 小瓶)加入 2ml 饱和尿素甲醇溶液,封上瓶盖后,静置 48 小时,待尿素逐渐结晶,长链正构烷烃分子会逐渐嵌入针形尿素晶体内;用干净针管吸掉瓶内液相部分,再加入正己烷轻轻摇晃,吸走液相,重复使用正己烷洗涤三次以上,去掉非直链烷烃组分;而后加入少量纯水,使尿素晶体完全溶解,加入正己烷萃取三次,转移至 2ml 瓶中,用氮气吹干,立刻加入 50 μl 正己烷,样品瓶冷冻保存,待分析测试。

## 5 谱图及结果分析

气相色谱条件:进样口温度 290℃,检测器温度 290℃。色谱柱 DB-5MS 硅熔融毛细柱(30m 长 × 0.25mm 内径)。采用无分馏模式进样。升温程序设置为:初始温度 80℃,保留 2min,以 15℃/min 速率升至 140℃,再 5℃/min 升至 290℃,

保留 15min,而后降温加准备 9min,全程耗时 60min。

将经过尿素络合后得到的样品进行气相色谱分析测试,谱图结果显示(见图 1),工程建设区域表土抽提的正构烷烃碳数分布范围为 C21~C33,以 C27、C29、C31 为主,C21 及以下的短链部分非常少有,长链正构烷烃相对丰度显著高于短链,且奇偶优势明显,这是高等植物脂类的表现。通常而言,以藻类、光合细菌等低等生物为主要来源的烃类主峰分布范围为 C17~C21, C23~C25 烷烃以大型沉水和浮水植物为主要来源, C27、C29、C31 烷烃来自陆生高等植物。

C27、C29、C31 峰面积为其他碳数峰面积的 2 倍以上。我们发现,在采集到的多数样品中都检测到石油类烃的特征峰,谱图奇偶优势不显著,且各碳数峰面积相差不大。这表明工地附近的表层土壤可能受到工业化石油类污染(见图 1)。

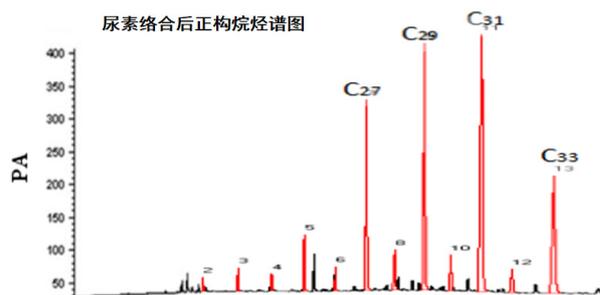


图 1 尿素络合后得到的正构烷烃谱图

## 6 结论与展望

①采用尿素络合法对城市表土抽提的烷烃组分进行纯化,效果良好,能够大量保留 C21~C33 烷烃主要组分。

②采样区域的表土所含正构烷烃以 C27、C29、C31 为主,来源于陆生高等植物叶蜡,具有显著的奇偶优势特征,表现为 C29、C31 双特征峰。

③多个样品出现了石油烃特征峰,各碳数峰面积相差不大,表明工地附近的表层土壤可能受到化石油类污染<sup>[1]</sup>。

工程建设区表土富含植物的叶蜡烷烃成分,且多数存在石油类污染问题,工地附近的表层土壤受人为活动污染风险大。工程建设部门应加强建设区域的油污管控,尤其是从化区作为环境保护重点区域,更应该加强相关工作力度,切实保障该区域土壤质量安全。

### 参考文献

- [1] 王宁,朱庆增.尿素络合法分离气相色谱/同位素质谱法分析土壤和植物中低含量(ppm级)正构烷烃的碳同位素[J].岩矿测试,2015,34(4):471-479.
- [2] 曾雪玲,唐晓东.尿素络合法测定脱硫后天然气凝析油中的正构烷烃含量[J].石油与天然气化工,2009,38(1):4-6.
- [3] 石丽明,刘美美,王晓华,等.加速溶剂萃取提取土壤中正构烷烃的方法研究[J].岩矿测试,2010,29(2):104-108.