中华人民共和国国家标准

GB/T 18294.3-2006

火灾技术鉴定方法 第3部分:气相色谱法

Technical identification method for fire— Part 3: Gas chromatography analysis

2006-12-26 发布

2007-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发 布 田 国 家 标 准 化 管 理 委 员 会

前言

GB/T18294《火灾技术鉴定方法》分为三个部分:

- ——第二部分:紫外光谱法;
- ——第2部分: 薄层色谱法;
- ——第3部分:气相色谱法。
- 本部分为 GB / T 18294 的第 3 部分。
- 本部分的附录 A 为资料性附录。
- 本部分由中华人民共和国公安部提出。
- 本部分由全国消防标准化技术委员会第一分技术委员会归口。
- 本部分起草单位:公安部天津消防研究所。
- 本部分主要起草人:鲁志宝、耿惠民、田桂花、梁国福、邓震宇。

火灾技术鉴定方法 第3部分:气相色谱法

1 范围

GB/T18294的本部分规定了气相色谱法的术语和定义、原理、试验条件、试验方法和谱图识别方法。

本部分适用于火灾现场常见易燃液体及其燃烧残留物的鉴定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 18294 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T18294.1 火灾技术鉴定方法 第1部分:紫外光谱法

3 术语和定义

GB/T18294.1确立的及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

燃烧残留物 residual substance after fire 火场中可燃物燃烧后残留的物品和燃烧后生成的烟尘。

3.2

保留时间 retention time 在设定的色谱分析条件下,易燃液体各特征组分从进样到出现峰最大值所需的时间。

4 原理

经实验室前期处理后得到的分析样品,注射到毛细管气相色谱中,在特定的实验条件下, 样品经过一根对分析样品具有良好分离效果的毛细管色谱柱后获得色谱图,与标准色谱用比较,通过辨别特征谱峰来定性地判定是否有易燃液体或其燃烧残留物存在。

5 试验条件

- 5.1 气相色谱
- 5.1.1 气相色谱的检测器建议使用氢火焰离子检测器, 其他的检测器如果与氢火焰离子检测器的灵敏度与选择性一致, 也可以使用。
- 5.1.2 气相色谱的色谱柱建议使用非极性的高温毛细管住,并且对烷烃、芳香烃和稠环芳烃有很好的分离效果。进样口温度、检测器温度、柱箱升温程序等条件也要能够将以上物质完全分离。柱温的升温范围在50° \sim 340° \circ 0。
- 5.1.3 如果被测的样品在某个单一的色谱柱或某个升温程序下不能完全分离,宜使用其他色

谱柱或者改变升温程序达到良好的分离效果。

- 5.2 附件
- 5.2.1 数据记录

使用能够满足数据采集和处理软件要求的计算机和打印机。

- 5.2.2 注射器
- 5.2.2.1 液体注射器: 体积范围为 $0.1 \, \mu \, \text{L} \sim 10.0 \, \mu \, \text{L}$ 的微量注射器。
- 5.2.2.2 气体注射器: 体积范围为 0.5 mL~50 mL 的气密性注射器。
- 5.3 溶剂和材料
- 5.3.1 本部分推荐使用的溶剂为 30℃~60℃分析纯的石油醚,使用时需经脱芳烃、烯烃处理,也可使用其他合适的溶济。所选用的溶剂在使用前先在仪器上做溶剂空白实验,以确定溶剂本身是否对被测样品有干扰。
- 5.3.2 载气为氦气,也可以使用氢气和氦气。
- 5.3.3 氢火焰离子检测器燃烧气体为氢气和空气。
- 5.4 样品预处理
- 5.4.1 对墙壁、玻璃等固体表面附着的烟尘,建议用浸有溶剂的脱脂棉反复擦试,也可以将试样砸成小块后用溶剂浸泡提取、过滤除去杂质,然后在空气中自然挥发浓缩或缓慢加热浓缩至 1 mL 左右。
- 5.4.2 对于地面、碳灰或其他实物试样,除可以用 5.4.1 方法提取外,还可用捕集、顶空、固相微萃取、活性炭吸附等方法提取。

6 标准样品谱图的制备方法

- 6.1 用标准辛烷值的汽油、标准凝点的柴油及稀释不同油漆的稀释剂作为标准样品,分别获得各自谱图。
- 6.2 用 6.1 中的各标准样品分别燃烧,取其燃烧残留物也作为标准样品,分别制备各自谱图。6.3 6.1 和 6.2 中制备的谱图保存在 5.2.1 中的数据记录设备中,形成标准谱图库。

7 谱图识别方法

- 7.1 制备火场样品的谱图。
- 7.2 用标准样品的谱图进行比对。
- 7.2.1 可以同时用多张标准样品的谱图进行比对。
- 7.2.2 标准样品的谱图应和火场样品的分析条件和仪器设定灵敏度一致。

8 鉴定报告

鉴定报告应包括下列信息:
——火灾现场名称;
——送检人姓名、单位、地址和电话;
——送检样品名称、送检时间;
——鉴定仪器的名称;
——鉴定人姓名 ;

——鉴定结论。

一一审查人姓名;

附 录 A (资料性附录)

各类易燃液体及其燃烧残留物的谱图特征及确认标准

A.1 汽油中主要包括 $C_4 \sim C_{12}$ 的烷烃、烯烃、芳香烃和稠环芳烃等物质。当汽油经挥发和过火后,其中烷烃和烯烃成分发生了较大的变化,而芳香烃(苯、甲苯、二甲苯、乙苯、 C_3 苯和 C_4 苯)和稠环芳烃(萘、甲基萘和二甲基萘)等成分保留的比较好,特别是 C_3 苯比苯、甲苯、二甲苯、乙苯减少相对较少,而萘、甲基萘和二甲基萘等稠环芳烃稳定不变。

A.3 柴油中主要包括 $C_9 \sim C_{23}$ 的正构烷烃、烯烃、芳香烃和稠环芳烃等,其中苯、甲苯、二甲苯、 C_3 苯等单核的芳香烃含量同烷烃相比相对较少,萘、甲基萘、二甲基萘含量比汽油中的含量要相对增多,柴油中还包含一些含有多核芳烃如蒽、芴等。当柴油经挥发和过火后,除保留一些原有的烷烃外,还生成了一些更高碳数的长链烷烃,其他成分的变化和汽油过火后的变化类似。

A.4 柴油由于沸点较高,燃烧不完全,谱图中还包含一些未燃烧柴油的特征。同时,柴油中的大量烷烃在燃烧后又生成了一些更高碳数的烷烃。和汽油相比,其烷烃成分要相对多一些。另外其新生成的多环芳烃成分和汽油燃烧生成的多环芳烃相类似。

A.5 油漆稀释剂种类很多,根据其型号的不同,其中主要包含苯、甲苯、二甲苯、三甲苯等 芳香烃成分及醛类、酮类、酯类等。油漆稀释剂中的烷烃成分很少,所以和汽油、柴油燃烧 的色谱峰相比,燃烧后生成的多环芳烃成分更多,并且这些多环芳烃成分中苯并芘的比例和 汽油、柴油燃烧后的比例明显不同,其他的芳烃成分和汽油、柴油燃烧后的成分相类似。