



中华人民共和国国家标准

GB/T 18294.4—2007

GB/T 18294.4—2007

附录 A (资料性附录)

相关易燃液体以及燃烧残留物的确认依据

A.1 汽油

A.1.1 高效液相色谱鉴定未烧汽油主要是鉴定其含有的芳烃和多环芳烃等物质,包括苯、甲苯、二甲苯、乙苯、C₃苯和C₄苯等芳烃和萘、甲基萘、二甲基萘、蒽、芴等多环芳烃。新鲜汽油这些成分的多少比例是一定的。但经挥发或过火后,苯、甲苯、二甲苯、乙苯等轻组分会发生损失,而C₃苯和C₄苯等芳烃和萘、甲基萘、二甲基萘、芴等多环芳烃等重组分表现较为稳定,从而使重组分比重相对加大。这些芳香烃、多环芳烃以及一些汽油添加剂等成分存在并且含量之比与未烧汽油样品基本一致是鉴定的依据。

A.1.2 高效液相色谱鉴定汽油燃烧残留物主要是鉴定汽油在燃烧后残留和燃烧中生成的一些芳香烃、多环芳烃和一些氧化物等物质成分。特征物质包括萘烯、萘、芴、菲、蒽、荧蒽、苊、苯并(a)蒽、枹、苯并(b)荧蒽、苯并(k)荧蒽、苯并(a)苊、二苯并(a,h)蒽、苯并(ghi)苊、茚并(1,2,3-cd)苊等以及其同分异构体、氧化物。这些特征物质存在并且含量之比与汽油燃烧残留物样品基本一致是确定汽油燃烧残留物存在的依据。

A.2 柴油

A.2.1 液相色谱鉴定未烧柴油主要是鉴定其含有的芳香烃和多环芳烃等物质。萘、甲基萘、二甲基萘、蒽、芴以及其他更高沸点的多环芳烃含量比汽油中的含量要高,它们是最重要的特征物质。柴油经挥发或过火后,轻组分会变少,重组分比重相对加大,但这现象通常没有汽油明显。

A.2.2 柴油由于沸点较高,燃烧不完全,燃烧残留物的谱图中还包含一些未烧柴油的特征物质,和汽油燃烧残留物相比,虽有相似的成分,但生成的多环芳烃成分要多,含量之比差别也较大。

A.3 油漆稀释剂

A.3.1 油漆稀释剂种类很多,根据其种类的不同,可含有苯、甲苯、二甲苯和三甲苯等芳烃以及醛类、酮类、酯类等成分,这些成分都可以用紫外检测器进行检测。试样谱图与对应种类的油漆稀释剂谱图进行比对,可鉴定是否存在某种油漆稀释剂。

A.3.2 油漆稀释剂燃烧后,依其种类的不同,生成的多环芳烃以及衍生物成分各异,相互含量之比也有差别。但一般多环芳烃以及衍生物种类较少,且偏重于多环数(如五环、六环和七环)。另外含有醛类、酮类、酯类等特征物质。通过试样谱图与对应种类的油漆稀释剂燃烧残留物谱图进行比对,可鉴定是否存在某种油漆稀释剂。

A.4 火场干扰物的排除

由于火场存在的塑料、橡胶、纸张、木材、织物等有机可燃材料以及其他新出现的合成材料的燃烧产物可能对鉴定产生干扰,干扰严重时可使鉴定变得十分困难,因此需要获得这些背景材料,进行燃烧实验,提取其燃烧残留物来做高效液相色谱分析,以排除这些材料的干扰。

火灾技术鉴定方法

第4部分:高效液相色谱法

Technical identification method for fire

Part 4: High performance liquid chromatography analysis



GB/T 18294.4—2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-30367

定价: 10.00 元

2007-07-02 发布

2008-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 1 梯度条件

时间/min	流动相/%		曲线
	A	B	
0.0	20	80	线性
9.0	20	80	线性
25.0	0	100	线性
40.0	0	100	线性
48.0	20	80	线性

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
火 灾 技 术 鉴 定 方 法
第 4 部 分：高 效 液 相 色 谱 法
GB/T 18294.4—2007

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码：100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话：68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷

各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.5 字 数 8 千 字

2007 年 12 月 第 一 版 2007 年 12 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·1-30367 定 价 10.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换

版 权 专 有 侵 权 必 究

举 报 电 话：(010)68533533

5 试剂和标准试样

5.1 试剂

甲醇,色谱纯;石油醚,色谱纯;去离子水,用 0.3 μm 有机滤膜处理。

5.2 标准试样

5.2.1 未烧易燃液体标准试样

分别取新鲜的和挥发 20%、40%、60% 和 80% 体积的汽油、柴油和油漆稀释剂等易燃液体 10 μL , 用 10 mL 甲醇溶剂溶解,配成其浓度约为 0.1% 的标准储备液。然后取一定体积的标准储备液用不同量的甲醇稀释,配成各种浓度的未烧易燃液体标准试样,其中最低浓度应稍高于仪器的最低检测限。

5.2.2 易燃液体燃烧残留物标准试样

取汽油、柴油和油漆稀释剂等易燃液体进行燃烧实验,收集烟尘并用适量甲醇溶解,用 0.3 μm 有机滤膜过滤,得到易燃液体燃烧残留物的标准储备液。然后取一定体积的标准储备液用不同量的甲醇稀释,配成各种浓度的易燃液体燃烧残留物标准试样,其中最低浓度应稍高于仪器的最低检测限。

6 仪器和设备

- 高效液相色谱仪(配有紫外检测器);
- 恒温水浴槽;
- 0.3 μm 有机滤膜。

7 操作方法

7.1 样品预处理

7.1.1 对于火场烟尘样品,用石油醚浸泡提取、过滤除去杂质,然后放在恒温水浴槽内加热浓缩至约 0.5 mL,经 0.3 μm 有机滤膜过滤待用。

7.1.2 从地面、炭灰或其他实物试样鉴定未烧易燃液体成分,除可用 7.1.1 方法进行溶剂提取外,为了尽可能排除干扰,建议采用捕集、顶空、固相微萃取、活性炭吸附等方法提取。

7.2 推荐色谱条件

- 色谱柱:C18 3.5 μm 4.6 mm \times 250 mm(或相当型号色谱柱);
- 流动相:
 - 溶剂 A:去离子水;
 - 溶剂 B:甲醇;
- 柱温:40 $^{\circ}\text{C}$ 。检测波长:275 nm 或 285 nm(推荐采用双波长模式)。进样量 2 μL 。梯度洗脱:流速:1 mL/min。梯度条件见表 1。

8 色谱图识别步骤

8.1 建立相关易燃液体及其燃烧残留物的标准色谱图。

8.2 把被测样品色谱图与其相对应的标准色谱图进行比对,可同时与多张标准色谱图进行比对。用于比对的色谱图其测定时的色谱条件和仪器设定灵敏度应一致。

8.3 同一认定时,被测样品色谱图与标准色谱图中各成分的保留时间应一致,各成分的峰面积之比应一致,各成分的峰形应相似。相关易燃液体以及燃烧残留物的确认依据参见附录 A。

8.4 辅助的定性方法:可用在分析试样中加特征物质标样使峰高叠加的方法;或用停泵扫描方式获得的各组分紫外光谱图与对应标样的紫外光谱图进行比对的方法来帮助鉴定化合物。

前 言

GB/T 18294《火灾技术鉴定方法》分为 5 个部分:

- 第 1 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;
- 第 4 部分:高效液相色谱法;
- 第 5 部分:气相色谱-质谱法。

本部分为 GB/T 18294 的第 4 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:邓震宇、鲁志宝、耿惠民、田桂花。

本部分为首次发布。