



中华人民共和国国家标准

GB/T 18294.5—2010

火灾技术鉴定方法 第 5 部分：气相色谱-质谱法

Technical identification methods for fire—
Part 5: Gas chromatography-mass spectrometry analysis

2011-01-14 发布

2011-06-01 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

前 言

GB/T 18294《火灾技术鉴定方法》分为六个部分：

- 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；
- 第6部分：红外光谱法。

本部分为 GB/T 18294 的第5部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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火灾调查分技术委员会(SAC/TC 113/SC 11)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：田桂花、鲁志宝、邓震宇、梁国福、耿惠民。

火灾技术鉴定方法

第5部分:气相色谱-质谱法

1 范围

GB/T 18294 的本部分规定了火灾技术鉴定中气相色谱-质谱(GC-MS)法的术语和定义、试验原理、试验仪器、试验条件及试验方法。

本部分适用于汽油、煤油、柴油、油漆稀释剂等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

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 19267.7 刑事技术微量物证的理化检验 第7部分:气相色谱-质谱法

GB/T 20162 火灾技术鉴定物证提取方法

3 术语和定义

GB/T 19267.7 和 GB/T 20162 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

总离子流色谱图 total ion chromatogram

在设定的色谱分析条件下,易燃液体通过毛细管色谱柱,经质谱连续扫描得到的各组分的总离子流强度随扫描时间变化的图谱。

3.2

提取离子流色谱图 extracted ion chromatogram

由总离子流色谱图中筛选出的易燃液体特征离子峰组成的图谱。

4 试验原理

经实验室预处理后得到待分析试样,注射到气相色谱-质谱联用仪中,经过一根对分析试样具有良好分离效果的毛细管色谱柱后进入质谱,得出总离子流色谱图,利用总离子流色谱图和提取离子流色谱图辨别特征谱峰来定性地判定易燃液体的特性。

5 试验仪器

5.1 气相色谱-质谱联用仪

由分离易燃液体的毛细管色谱和鉴定易燃液体的质谱检测器组成的联用仪。

5.2 注射器

5.2.1 液体注射器:体积范围为 0.1 μL ~10.0 μL 的微量注射器。

5.2.2 气体注射器:体积范围为 0.5 mL~5.0 mL 的气密性注射器。

6 试验条件

6.1 气相色谱条件

气相色谱条件主要包括:

- 色谱柱建议使用非极性或弱极性毛细管柱,要求对烷烃、芳香烃和稠环芳烃有很好的分离效果;
- 进样口温度、分流比、柱箱升温程序等条件应能够将上述物质完全分离;
- 推荐程序:50 °C 恒温 2 min,以 10 °C/min 的速率升温至 260 °C,260 °C 恒温 15 min,满足易燃液体残留成分及其燃烧残留物的全范围分析。

6.2 质谱条件

质谱条件主要包括:

- 离子源温度、传输线温度的选择应满足易燃液体各组分对质谱部分污染较小为原则;
- 扫描时间和扫描间隔适当;
- 设置适当的溶剂延迟时间,以切除溶剂峰,推荐为 3 min;
- 根据被测定的组分的质谱碎片质荷比大小选择适当的 Mass(m/z)范围,推荐 35 AMU~400 AMU。

6.3 溶剂和材料

6.3.1 本部分推荐使用的溶剂为色谱纯正己烷,也可根据需要其他合适的溶剂。所选用的溶剂在使用前应在气相色谱-质谱联用仪上做空白试验,以确定质谱切除溶剂峰的延迟时间,考察溶剂是否含对被测样品有干扰。

6.3.2 材料:脱脂棉、烧杯、定性滤纸等。

7 试验方法

7.1 含易燃液体残留物或易燃液体燃烧残留物的检材预处理

按照 GB/T 20162 规定提取的检材,对于不同类型载体中易燃液体残留物或易燃液体燃烧残留物,应分别按如下方法进行预处理:

- 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拭,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 0.5 mL 左右;
- 对于各种地面、炭灰或其他实物检材,为了尽可能排除干扰,推荐采用捕集、顶空、固相微萃取、活性炭吸附等方法提取。

7.2 标准样品的 GC-MS 谱图制备

7.2.1 采用标准辛烷值的汽油、标准凝点的柴油及不同的油漆稀释剂等作为未烧易燃液体标准样品。

7.2.2 采用 7.2.1 规定的易燃液体标准样品进行燃烧实验,提取各自的燃烧残留物,按 7.1 的规定进行预处理后,得到的试样作为易燃液体燃烧残留物标准样品。

7.2.3 按第 6 章规定的试验条件,将 7.2.1、7.2.2 制得的标准样品,采用 5.2 规定的注射器,进样量不

大于 $0.5\ \mu\text{L}$, 进行气相色谱-质谱法分析。

7.2.4 把 7.2.3 制备的谱图保存在数据记录设备中, 形成易燃液体标准样品 GC-MS 谱图库。

7.3 火灾现场检材的 GC-MS 谱图制备

7.3.1 按 7.1 规定的方法, 对火灾现场提取的检材进行预处理, 制得火场试样。

7.3.2 按第 6 章规定的试验条件, 将 7.3.1 制得的火场试样, 采用 5.2 规定的注射器, 进样量不大于 $0.5\ \mu\text{L}$, 对试样进行气相色谱-质谱法分析, 获得火场试样的 GC-MS 谱图。

7.4 火场样品 GC-MS 谱图识别

常见易燃液体残留物及其燃烧残留物的谱图特征参见附录 A。将 7.3 获得的火场试样的 GC-MS 谱图与 7.2 获得的标准样品 GC-MS 谱图进行比对, 比对内容包括:

- 总离子流色谱图的比对;
- 提取离子流色谱图的比对。

附录 A

(资料性附录)

常见易燃液体残留物的谱图特征

A.1 汽油中主要包括烷烃、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(m/z :78)、甲苯(m/z :91)、 C_2 乙苯(m/z :106)、 C_3 苯(m/z :120)和 C_4 苯(m/z :134)]和稠环芳烃[萘(m/z :128)、甲基萘(m/z :142)和二甲基萘(m/z :156)]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.2 汽油燃烧时发生了多种化学反应,生成了一些新的物质,其中大部分是多环芳烃物质,主要为茚、蒽、菲、荧蒽、芘、苯并蒽、苯并荧蒽、苯并芘、二苯并蒽、二苯并芘等。其中荧蒽、芘、苯并蒽、苯并荧蒽、苯并芘的成分所占的比例大。

A.3 柴油中主要包括 $C_9 \sim C_{25}$ 的烷烃、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、茚等。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,其正构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。
