

# Analysis of Gasoline, Kerosene and Diesel Fuel in Fire Environment Residue by Gas Chromatography

Guanglin Song, Xijuan Xu\*, Diyong Chen, Fei Xiao

Guizhou Academy of Testing and Analysis, Guiyang Guizhou  
Email: s\_glin@126.com, \*xuxijuan@gzata.cn

Received: Aug. 3<sup>rd</sup>, 2017; accepted: Aug. 18<sup>th</sup>, 2017; published: Aug. 28<sup>th</sup>, 2017

## Abstract

To determine qualitative and quantitative analysis of gasoline, kerosene and diesel in fire residues, extracting liquid of fire residue was compared with gasoline, kerosene and diesel by gas chromatography analysis, the gasoline, kerosene and diesel determined qualitatively by the retention time of the main characteristic peaks. The content of the characteristic components of gasoline, kerosene and diesel was proportional to the size of its peak area. The gasoline, kerosene and diesel were determined quantitatively by the normalization of the characteristic peak area. The minimum detection limit of gasoline, kerosene and diesel, respectively was 100  $\mu\text{L/L}$ , 100  $\mu\text{L/L}$ , 200  $\mu\text{L/L}$ . The regression equation of Sinopec No. 93 gasoline volume concentration and the total value of five characteristics peak area was  $Y = 0.0458X + 0.602$ , the correlation coefficient was 1. The regression equation of Sinopec kerosene volume concentration and the total value of four characteristics peak area was  $Y = 0.0419X - 2.2658$ , the correlation coefficient was 0.9999. The regression equation of Sinopec No. 0 diesel fuel volume concentration and the total value of eleven characteristics peak area was  $Y = 0.0398X - 7.7023$ , the correlation coefficient was 0.9982.

## Keywords

Gas Chromatography, Residues, Gasoline, Kerosene, Diesel Fuel

## 气相色谱法分析火灾环境残留物中的汽油/煤油/柴油

宋光林, 许锡娟\*, 陈迪勇, 肖飞

贵州省分析测试研究院, 贵州 贵阳

\*通讯作者。

Email: s\_glin@126.com, \*xuxijuan@gzata.cn

收稿日期: 2017年8月3日; 录用日期: 2017年8月18日; 发布日期: 2017年8月28日

## 摘要

为定性和定量火灾环境残留物中的汽油、煤油、柴油。采用气相色谱分析方法,把火灾环境残留物提取液与汽油、煤油、柴油进行对照分析,通过主要特征峰的保留时间对汽油、煤油、柴油进行定性。汽油、煤油、柴油的特征组分含量与其峰面积的大小成正比,通过特征峰面积归一化法对汽油、煤油、柴油进行定量。汽油、煤油、柴油的最低检出限分别为100  $\mu\text{L/L}$ 、100  $\mu\text{L/L}$ 、200  $\mu\text{L/L}$ 。中石化93号汽油的体积浓度与5个特征峰面积总值的回归方程为 $Y = 0.0458X + 0.602$ ,相关系数为1;中石化煤油的体积浓度与4个特征峰面积总值的回归方程为 $Y = 0.0419X - 2.2658$ ,相关系数为0.9999;中石化0号柴油的体积浓度与11个特征峰面积总值的回归方程为 $Y = 0.0398X - 7.7023$ ,相关系数为0.9982。

## 关键词

气相色谱, 残留物, 汽油, 煤油, 柴油

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

火灾发生后,燃烧残留物中助燃剂的检测对火灾的定性以及环境的污染损害鉴定起着至关重要的作用,所以助燃剂的检测一直是技术人员致力研究的工作[1]。程平等[2]采用选择离子流动管质谱测定汽油和柴油蒸汽成分。王涵文等[3]发展了一种毛细管色谱切割-反吹方法分析汽油中的芳烃。邢若葵等[4]建立火场样品中汽油残留物 ATD-GC-MS 检验结果的评价方法。沈浩等[5]建立了以正己烷为溶剂、超声波震荡提取、气相色谱-质谱联用仪测定火场残留汽油中8种目标化合物的方法。顾海昕等[6]认为火灾现场中助燃剂成分的定性鉴定是职能部门火灾环境调查工作强有力的破案线索和依据。李继文等[7]用气相色谱-质谱表征甲醇制烯烃副产汽油中的 $C_5\sim C_7$ 烯烃。随着人们对客观物证要求的提高,火场残留物中矿物油成分的定性定量研究也成为了国内外研究的热点之一[8]。国内外很多学者采用的分析方法对仪器设备的要求较高,操作的技术难度大,很多研究仅仅对矿物油定性,本方法在前人研究的基础上,对分析方法进行改进,采用气相色谱聚类法定性,面积归一化定量,操作简单,定性定量准确。因此,汽油、煤油、柴油分析方法在火灾环境鉴定领域能得到广泛的应用,能更科学、快速、准确地进行火灾环境残留物中汽油、煤油、柴油的定性和定量分析,能为环境、公安消防机关认定火灾原因、火灾性质、环境损害、处理火灾案件等提供科学证据。

## 2. 试验部分

### 2.1. 仪器和试剂

Agilent6890N气相色谱仪,配有氢火焰离子化检测器(FID)和7683B型自动进样器(美国Agilent公司);

电子天平：感重 0.1 mg (德国赛多利斯, BSA124S-CW); 微量注射器：10  $\mu\text{L}$  (美国 Agilent 公司); 机械振荡器(金坛市鸿科仪器厂); 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜(天津市恒奥科技发展有限公司); 玻璃容器：100 mL 容量瓶, 250 mL 锥形瓶, 5 mL 移液管, 用时均用蒸馏水冲洗干净。

正己烷(色谱纯, 天津科密欧试剂); 93 号汽油(中石化); 煤油(中石化); 0 号柴油(中石化)。

## 2.2. 标准使用液的配置

1% (v/v)汽油标准使用液配置：取 1mL 汽油转移至 100 mL 的容量瓶中, 并用正己烷稀释至刻度。此溶液中汽油的体积百分比浓度为 1% (v/v)。

1% (v/v)煤油标准使用液配置：取 1mL 煤油转移至 100 mL 的容量瓶中, 并用正己烷稀释至刻度。此溶液中煤油的体积百分比浓度为 1% (v/v)。

1% (v/v)柴油标准使用液配置：取 1mL 柴油转移至 100 mL 的容量瓶中, 并用正己烷稀释至刻度。此溶液中柴油的体积百分比浓度为 1% (v/v)。该溶液临用现配。

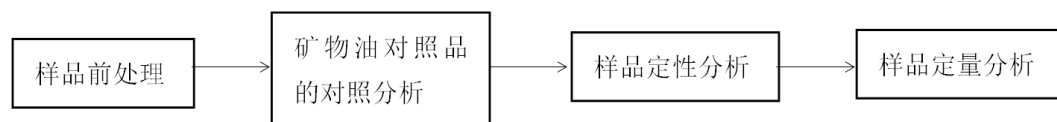
## 2.3. 气相色谱条件

色谱柱：HP-5 (5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷), 30 m  $\times$  0.320 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$  毛细管柱; 柱温：柱温采用程序升温方式, 起始温度 50 $^{\circ}\text{C}$ , 恒温 15 min, 以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的升温到 130 $^{\circ}\text{C}$ , 恒温 15 min, 再以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温到 250 $^{\circ}\text{C}$ , 恒温 20 min; 检测室温度：250 $^{\circ}\text{C}$ ; 汽化室温度：270 $^{\circ}\text{C}$ ; 载气：高纯氮气, 纯度 $\geq 99.99\%$ ; 流速：1.2 ml/min, 恒流模式; 氢气流速：40 ml/min; 空气流速：450 ml/min; 补偿气流速：25 ml/min; 分流模式：不分流; 进样体积：1  $\mu\text{L}$ 。

## 2.4. 样品前处理

用天平称取 100 g (精确至 0.1 g)样品, 立即放入锥形瓶中, 加入 100 mL 正己烷, 盖上瓶盖密封, 放在振荡器上振摇 30 min, 静置 20 min 分层, 用移液管吸取 5 mL 正己烷溶液, 通过 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜过滤后, 取 1 mL 放入进样瓶作为样品, 按 1.3 节进行定性和定量分析。

## 2.5. 分析方法技术流程图



## 3. 结果与讨论

### 3.1. 定性分析

用自动进样器分别吸取样品、正己烷、汽油、煤油、柴油标准使用液注入气相色谱仪分析。在 1.3 节条件下对汽油、煤油、柴油标准使用液测试, 经标准使用液分析得到各标准使用液特征组分的保留时间, 汽油、煤油、柴油的定性特征色谱峰分别见图 1、图 2、图 3。

### 3.2. 定性定量可行性分析

汽油定性说明：汽油色谱峰的保留时间在 4.5~24 min 范围内, 其特征峰的保留时间为 4.564 min、5.532 min、9.76 min、11.341 min、18.575 min 5 个明显的特征峰; 若出现 3 个或 3 个以上连续色谱峰保留时间与汽油对照品后面的特征峰保留时间相对应, 则可定性判定样品中含有汽油。

煤油定性说明：煤油色谱峰的保留时间在 16~32 min 范围内, 其特征峰的保留时间为 18.920 min、

21.887 min、24.007 min、26.444 min 4 个明显的特征峰；若出现 3 个或 3 个以上连续色谱峰保留时间与煤油对照品后面的特征峰保留时间相对应，则可定性判定样品中含有煤油。

柴油定性说明：柴油色谱峰的保留时间在 18~60 min 范围内，其特征峰的保留时间为 18.924 min、21.888 min、24.006 min、26.446 min、41.208 min、43.773 min、45.542 min、46.940 min、48.123 min、49.172 min、50.130 min 11 个明显的特征峰；若出现 6 个或 6 个以上连续色谱峰保留时间与柴油对照品后面的特征峰保留时间相对应，则可定性判定样品中含有柴油。

通过对中石化及中石油不同标号(汽油 90#、93#；民用煤油和航空煤油；柴油 0#、10#、20# 进行对比分析，其各矿物油相应的特征峰几乎一致，定性方法可行。

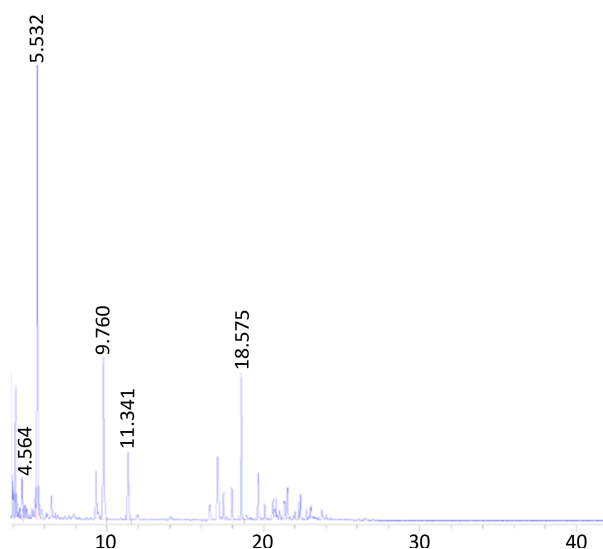


Figure 1. Standard chromatograms of the Sinopec No. 93 petrol

图 1. 中石化 93 号汽油标准色谱图

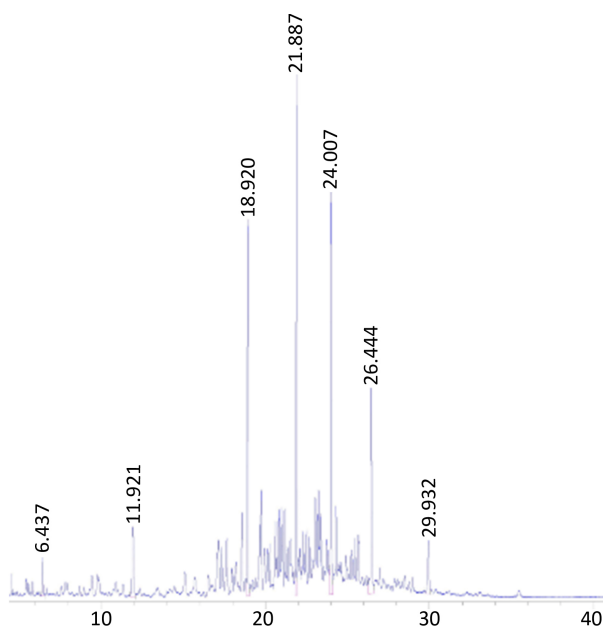
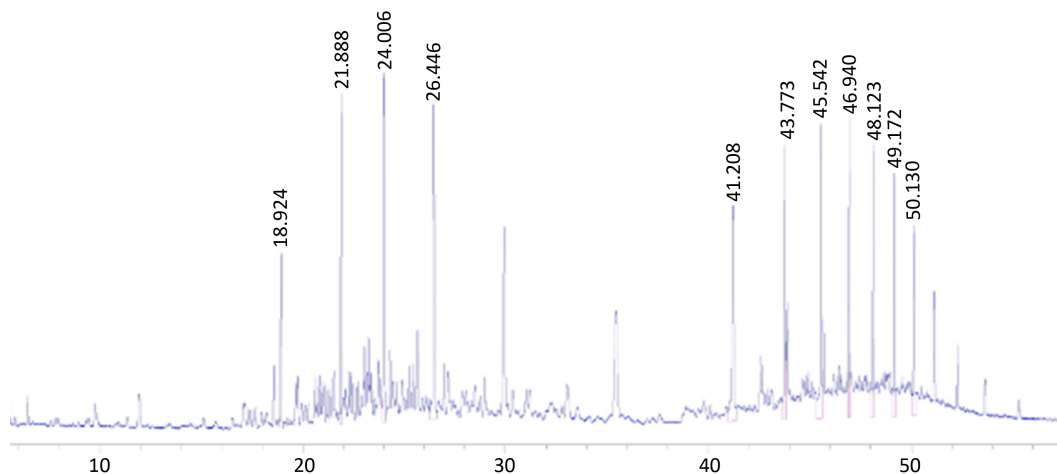


Figure 2. Standard chromatograms of the Sinopec kerosene

图 2. 中石化煤油标准色谱图



**Figure 3.** Standard chromatograms of the Sinopec No. 0 diesel fuel  
**图 3.** 中石化 0 号柴油标准色谱图

定量可行性说明：轻质矿物油中烷烃和烯烃质量响应因子在 0.874~0.916 之间，芳烃 0.811~0.837 之间，芳烃密度：0.8789~0.8670 g/mL，由于烃类组分在火焰离子化检测器上的质量响应因子都非常接近，因此，采用峰面积归一化法对矿物油进行定量[7]。

### 3.3. 定量分析

#### 3.3.1. 标准工作溶液的制备

分别准确移取 0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、20 mL、50 mL 的标准使用液加入 100 mL 容量瓶中，用正己烷定容，另外取标准使用液作为一个标准工作溶液，得到体积百分比浓度分别为 50  $\mu\text{L/L}$ 、100  $\mu\text{L/L}$ 、200  $\mu\text{L/L}$ 、500  $\mu\text{L/L}$ 、1000  $\mu\text{L/L}$ 、2000  $\mu\text{L/L}$ 、5000  $\mu\text{L/L}$ 、10,000  $\mu\text{L/L}$  的标准工作溶液。

#### 3.3.2. 进样

用自动进样器分别吸取样品、正己烷、汽油、煤油、柴油标准工作溶液 1  $\mu\text{L}$ ，注入气相色谱仪分析。

#### 3.3.3. 绘制标准工作曲线

按照 1.2 所列测定条件，分别对标准工作溶液(2.3.1)进行检测。以标准工作溶液中汽油、煤油、柴油体积百分比浓度为横坐标，以汽油、煤油、柴油的定性特征峰总面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，得到线性方程。汽油、煤油、柴油的体积百分比浓度与特征峰总面积关系见表 1、表 2、表 3；线性关系分别见图 4、图 5、图 6。

### 3.4. 方法的重现性

在确定的色谱条件下，对提取样品分别做重现性试验( $n = 5$ )，其主要组分的气相色谱保留时间的相对偏差为 0%~0.06%。

### 3.5. 检出限的测定

分别取汽油、煤油、柴油体积百分比浓度为 20  $\mu\text{L/L}$ 、50  $\mu\text{L/L}$ 、100  $\mu\text{L/L}$ 、200  $\mu\text{L/L}$ 、500  $\mu\text{L/L}$ 、1000  $\mu\text{L/L}$  的标准工作溶液进样分析，得汽油、煤油、柴油的正己烷溶液最低检出限分别为 100  $\mu\text{L/L}$ 、100  $\mu\text{L/L}$ 、200  $\mu\text{L/L}$ 。

**Table 1.** Concentration and peak area of the Sinopec 93 gasoline

**表 1.** 中石化 93 号汽油浓度与峰面积

浓度( $\mu\text{L/L}$ )	50	100	200	500	1000	2000	5000	10,000
峰面积(A)	未检出	4.480	9.662	24.53	47.11	90.57	231.0	458.6

**Table 2.** Concentration and peak area of the Sinopec kerosene

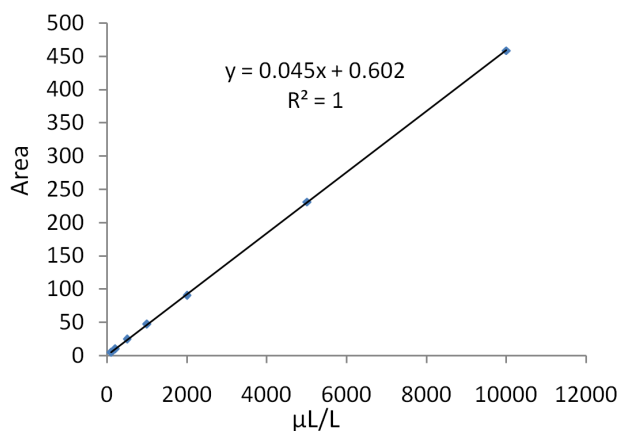
**表 2.** 中石化煤油浓度与峰面积

浓度( $\mu\text{L/L}$ )	50	100	200	500	1000	2000	5000	10,000
峰面积(A)	未检出	3.400	8.417	17.58	39.25	78.81	206.7	417.3

**Table 3.** Concentration and peak area of the Sinopec 0 diesel fuel

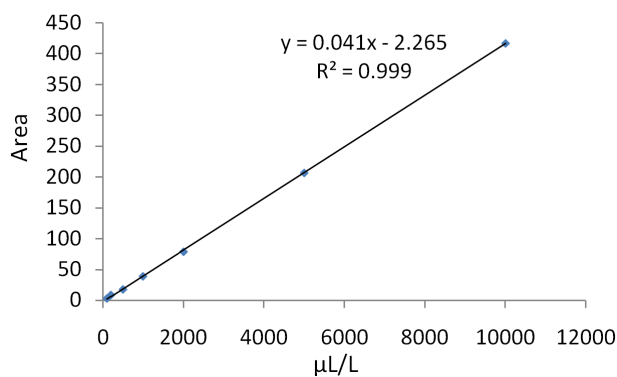
**表 3.** 中石化 0 号柴油浓度与峰面积

浓度( $\mu\text{L/L}$ )	50	100	200	500	1000	2000	5000	10,000
峰面积(A)	未检出	未检出	7.011	15.11	33.31	62.57	185.0	394.6



**Figure 4.** Standard curve of the No. 93 gasoline

**图 4.** 93 号汽油标准曲线



**Figure 5.** Standard curve of kerosene

**图 5.** 煤油标准曲线

## 4. 结果与讨论

汽油色谱峰的保留时间在 4.5~24 min 范围内,有 5 个明显的特征峰;煤油色谱峰保留时间在 16~32 min

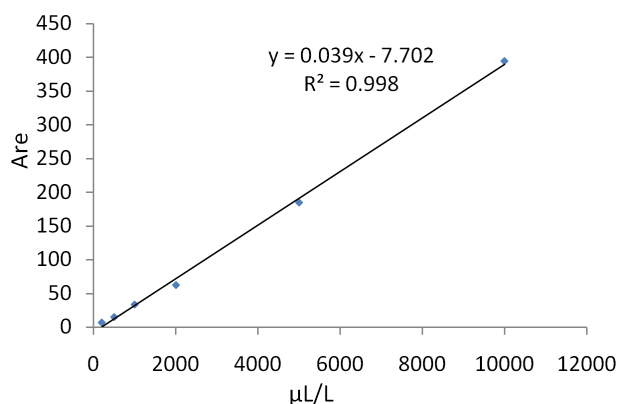


Figure 6. Standard curve of the No. 0 diesel fuel

图 6. 中石化 0 号柴油标准曲线

范围内, 有 4 个明显的特征峰; 柴油的保留时间在 18~60 min 范围内, 有 11 个明显的特征峰; 汽油、煤油、柴油的特征峰保留时间有明显差别, 在相同试验条件下, 汽油主要特征峰保留时间靠前, 煤油次之, 柴油靠后。

当汽油、煤油、柴油经挥发和过火后, 其中的组分会发生较大的变化, 部分特征峰可能无法在色谱中看到, 这时, 若保留时间靠前的特征峰出现, 那么保留时间靠后的特征峰也应该出现, 必要时, 还可以用汽油、煤油、柴油的指纹峰进行确认, 才能判定检材中是否含有汽油、煤油、柴油。

定量分析结果得到中石化 93 号汽油的体积百分浓度与 5 个特征峰总峰面积的回归方程  $Y = 0.0458X + 0.6001$ , 相关系数为 1; 中石化煤油的体积百分浓度与 4 个特征峰总峰面积的回归方程  $Y = 0.0419X - 2.2606$ , 相关系数为 0.9999; 中石化 0 号柴油的体积百分浓度与 11 个特征峰总峰面积的回归方程  $Y = 0.0398X - 7.697$ , 相关系数为 0.9982; 汽油、煤油、柴油的正己烷溶液最低检出限分别为 100 μL/L、100 μL/L、200 μL/L; 本方法对火灾环境残留物中矿物油种类的定性和定量分析方法可行。

## 基金项目

黔科院科专合字[2017]02 号; 国家国际科技合作专项资助(2015DFA41280); (G[2015]7001)。

## 参考文献 (References)

- [1] 张桂霞, 王继芬, 刘剑. 火场中常见物质对汽油燃烧的干扰研究[J]. 分析化学, 2009(37): B228.
- [2] 程平, 张为俊, 储焰南. 用选择离子流动管质谱测定汽油和柴油蒸汽成分[J]. 分析化学, 2003, 31(5): 548-551.
- [3] 王涵文, 苗虹, 关亚风. 毛细管色谱切割 - 反吹法归一化分析汽油中芳烃[J]. 分析化学, 2002, 30(8): 1012-1016.
- [4] 邢若葵, 王松才, 温锦锋, 等. 建立火场样品中汽油残留物 ATD-GC-MS 检验结果的评价方法[J]. 刑事技术, 2012(1): 6-10.
- [5] 沈浩, 李盈宇, 梁栋. 定量分析火场残留物中汽油组成[J]. 中山大学学报: 自然科学版, 2012, 51(1): 59-62.
- [6] 顾海昕, 黄昊, 张永丰, 等. GC/MS/AMDIS 法检测火场常见基质中的汽油目标成分残留[J]. 中国司法鉴定, 2009, 47(6): 28-32.
- [7] 杨海鹰. 气相色谱法在石油化工中的应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 100-101.
- [8] 李继文, 李薇, 王川. 气相色谱 - 质谱表征甲醇制烯烃副产汽油中的 C<sub>5</sub>~C<sub>7</sub> 烯烃. 色谱, 2013, 13(11): 1134-1139.

**期刊投稿者将享受如下服务：**

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：[aep@hanspub.org](mailto:aep@hanspub.org)