 **T/CECS XXX—202X**

 

中国工程建设标准化协会标准

火场爆炸残留物中典型无机离子检验技术规程

Technical specification for test of typical inorganic ions

of explosive residue in fire

（征求意见稿）

2019年12月

中国工程建设标准化协会标准

火场爆炸残留物中典型无机离子检验技术规程

Technical specification for test of typical inorganic ions

of explosive residue in fire

**主编单位**： 应急管理部四川消防研究所

批准单位：中国工程建设标准化协会

施行日期：

**前 言**

根据中国工程建设标准化协会《关于印发（2018年第二批工程建设协会标准制订、修订计划）的通知》（建标协字[2018]030号）的要求，规程编制组经广泛调查研究，认真总结实践经验，并在广泛征求意见的基础上，编制了本规程。

本规程共分5章和1个附录，主要内容包括：总则、术语、试剂、仪器设备、方法和程序等。

本规程由中国工程建设标准化协会防火防爆分技术委员会归口管理，由应急管理部四川消防研究所（地址：四川省成都市金牛区金科南路69号，邮编610036）负责解释。在使用中如发现需要修改和补充之处，请将意见和资料寄往解释单位。

**主编单位**：应急管理部四川消防研究所

**参编单位：**

主要起草人：

目  次

[1 总则 1](#_Toc36801830)

[2 术语 2](#_Toc36801831)

[3 试剂 3](#_Toc36801832)

[3.1 淋洗液 3](#_Toc36801833)

[3.2 其他试剂 3](#_Toc36801836)

[4 仪器设备 5](#_Toc36801841)

[4.1 离子色谱仪 5](#_Toc36801842)

[4.2 其他设备 5](#_Toc36801844)

[5 方法和程序 7](#_Toc36801850)

[5.1 样品提取 7](#_Toc36801851)

[5.2 色谱条件 7](#_Toc36801854)

[5.3 样品测定 8](#_Toc36801856)

[5.4 数据处理 8](#_Toc36801860)

[附录A 混合阴离子、阳离子标样离子色谱谱图 10](#_Toc36801865)

[引用标准名录 11](#_Toc33778218)

[本规范用词说明 12](#_Toc33778219)

[附：条文说明 13](#_Toc33778220)

Contents

[1 General Provisions 1](#_Toc30498809)

[2 Terms 2](#_Toc30498810)

[3 Reagents 3](#_Toc30498811)

[3.1 Eluent 3](#_Toc36801833)

[3.2 Other Reagents 3](#_Toc36801836)

[4 Instruments and Equipmens 5](#_Toc30498817)

[4.1 Ion chromatograph 5](#_Toc36801842)

[4.2 Other Equipmens 5](#_Toc36801844)

[5 Methods and procedures 7](#_Toc30498825)

[5.1 sample extraction 7](#_Toc36801851)

[5.2 chromatographic condition 7](#_Toc36801854)

[5.3 sample determination 8](#_Toc36801856)

[5.4   data processing 8](#_Toc36801860)

Appendix A Ion Chromatogram of mixed Anion and Cation in Standard Sample [10](#_Toc30498835)

Explanation of wording in this specification  [11](#_Toc30498836)

List of quoted standards  [12](#_Toc30498837)

Addition: Explanation of provisions  [13](#_Toc30498838)

# 1 总 则

* + 1. 为规范火场爆炸残留物中典型无机离子的离子色谱检验方法，减少人员伤亡，降低国家和人民财产损失，做到科学、快速、准确，制定本规程。
		2. 本规程规定了火场爆炸残留物的提取、前处理、干扰排除及分析测试等要求。
		3. 本规程适用于社会公共安全技术领域硝铵炸药、黑火药、烟火药等炸药、能够发生化学爆炸的物料及其爆炸残留物中Na+、NH4+、K+、Mg2+、Cl-、NO2-、ClO3-、NO3-、SO42-、S2O32-、SCN-、ClO4-离子的测定。
		4. 火场爆炸残留物中典型无机离子的测定除应符合本规程外，尚应符合国家现行有关标准的规定。

# 2 术语

**2.0.1** 火场 the scene of a fire

发生燃烧案（事）件的现场。

**2.0.2** 火场爆炸残留物 explosive residue in fire

爆炸火场残留的未完全反应的爆炸物和爆炸反应产物。

**2.0.3** 空白样品 blank sample

比对试样，即在距爆炸现场较远，未受爆炸残留物污染且与送检样性质相似的部位采集的样品。

# 3 试剂

3.1 淋洗液

## **3.1.1** 一般规定

本标准所用试剂除另有说明，均应使用符合国家标准的分析纯试剂（AR）及以上。实验用水均为电阻率不小于18.2MΩ.cm的超纯水，并经过0.45µm微孔滤膜过滤和脱气处理。

## **3.1.2** 用于阴离子分析的淋洗液体系

淋洗液主要有氢氧根体系和碳酸根体系。淋洗液可以自配（为了最大限度地减少细菌或藻类的生长，淋洗液有效期为3d。）或由淋洗液发生器自动产生。淋洗液的选择取决于所选择的分析柱和检测器，可根据分析柱供应商的建议选择淋洗液。

**3.1.3 用于**阳离子分析的淋洗液体系

淋洗液主要有甲磺酸体系和硝酸体系。淋洗液可以自配（为了最大限度地减少细菌或藻类的生长，淋洗液有效期为3d。）或由淋洗液发生器自动产生。淋洗液的选择取决于所选择的分析柱和检测器，可根据供应商的建议选择淋洗液。

3.2 其他试剂

## **3.2.2** 阴离子标准贮备溶液

购买或在聚乙烯瓶或磨砂玻璃瓶中自配浓度均为1000 mg/L的八种阴离子Cl-、NO2-、ClO3-、NO3-、SO42-、S2O32-、SCN-、ClO4-标准贮备溶液，在2℃-8℃储存， 1周内可用。

## **3.2.3**  阳离子标准储备溶液

购买或在聚乙烯瓶或磨砂玻璃瓶中自配浓度均为1000 mg/L的Li+、Na+、NH4+、K+、Mg2+离子的标准贮备溶液，在2℃-8℃储存， 1周内可用。

## **3.2.4** 混合阴离子标准使用液

从九种阴离子Cl-、NO2-、ClO3-、NO3-、SO42-、S2O32-、SCN-、ClO4-标准贮备溶液中移取0.10 mL，0.10 mL，0.10 mL，0.50 mL，0.10 mL，0.10 mL，0.10 mL，0.10 mL，0.10 mL于10mL容量瓶中，用超纯水稀释至标线。此混合溶液中Cl-、NO2-、ClO3-、NO3-、SO42-、S2O32-、SCN-、ClO4-的浓度分别为10.00mg/L，10.00mg/L，10.00mg/L，50.00mg/L，10.00mg/L，10.00mg/L，10.00mg/L，10.00mg/L，10.00mg/L。

## **3.2.5** 混合阳离子标准使用液

从四种阳离子Na+、NH4+、K+、Mg2+标准贮备溶液中各移取0.10 mL于10mL容量瓶中，用超纯水稀释至标线。此混合溶液中Na+、NH4+、K+、Mg2+的浓度分别为10.00mg/L，10.00mg/L，10.00mg/L，10.00mg/L。

# 4 仪器设备

4.1 离子色谱仪

## **4.1.1** 离子色谱系统（具电导检测器）

主要由以下部分组成（图4.1.1），



图4.1.1 离子色谱系统

**4.1.2** 离子色谱系统性能要求

1 泵

1）流速：0~5mL/min

2）精度：<±0.2%

3）耐压范围：0~30 MPa

2电导检测器

1）测量范围： 0-10000µS

2）线性：<0.1%

 3）电导池温度稳定性：<0.005℃

3 柱温箱

1）控温范围：0～40℃

2）温度稳定性：<0.05℃

4 色谱柱

 1）pH 适用范围：0 -14

 2） 100%兼容反相试剂

4.2 其他设备

**4.2.1** 配液器材

 天平、烧杯、玻璃棒、移液枪或移液管、容量瓶、洗瓶。

**4.2.2** 过滤器材

 微孔滤膜：≤0.45µm；玻砂漏斗、锥形瓶。

**4.2.3** 记录设备

 电脑、打印机

# 5 方法和程序

5.1 样品提取

**5.1.1 样品类型**

火场爆炸残留物相对爆炸残留物，主要在于火灾现场根据爆炸物不同，需要采用相应的灭火方式灭火救援，灭火剂主要有水系、水成膜、抗溶水成膜、泡沫灭火剂等。因此，火场爆炸残留物除包括有爆炸火场残留的未完全反应的爆炸物和爆炸反应产物外，还混有水、沙土及灭火剂，因此火场爆炸残留物样品主要有下列几种：

1）现场尘土：炸点尘土，提取炸坑压缩壁上的表层土，若炸点为极硬的介质 , 如钢板、水泥等 ,则 可先将 炸点处 的灰尘、 碎块 提取 包装 后 ,再 用丙酮棉球 擦拭炸 点表面 , 擦拭 3～4次 , 并将 棉球全 部装入塑料袋 , 与先前提取的尘土、 碎块一起 作为炸点的样品；系列尘土的提取，根据现场环境 、风向 、冲击波的作用范围及方向，从炸点开始，沿不同方向，以一定间隔距离提取系列表面尘土检材，每处检材提取面积应在0.5m2 以上；障碍物表面尘土，冲击波扩散方向的障碍物表面尘土用毛刷直接提取。

2）烟熏痕：当承载客体较小时，烟熏痕与承载客体一并提取；当承载客体较大不能一并提取时，用两隅／去离子水 (1:1）棉球擦拭提取 。

3）爆炸物残留物：包装物 、捆绑物 、填充物 、死伤者衣物等爆炸现场遗留物采用 筛选 、分离方法提取；提取爆炸装置制作场所炸药残留物 ，应直接提取有关制作工具 、包装物及制作场所相关客体表 面的尘土 、附着物等。

**5.1.2** 样品提取

将送检样品按照四分法取样，称取送检样5~20g，用超纯水浸泡，超声振荡10 min,静置,取上清液5 mL离心振荡5 min后,取上清液约2 mL于5 mL塑料试管中,供分析。爆炸现场提取的爆炸装置或包装物残片，可直接使用超纯水浸提。

5.2 色谱条件

**5.2.1** 阴离子

1分析柱：氢氧根体系：填料为季铵盐；碳酸盐体系：可使用同等性能的分析柱

2 保护柱：氢氧根体系：填料为季铵盐。碳酸盐体系：可使用同等性能的保护柱

**3** 淋洗液体系：氢氧根体系或碳酸盐体系, 需使用梯度淋洗

4 柱温：30℃

5 流速：1.00～2.00mL/min

6 进样方式：手动或自动进样25µL

**5.2.2** 阳离子

1分析柱：氢氧根体系：填料为磺酸或羧酸；硝酸体系：可使用同等性能的分析柱

2 保护柱：氢氧根体系：填料为磺酸或羧酸；硝酸体系：可使用同等性能的保护柱

3 淋洗液体系：磺酸或羧酸、硝酸体系或体系, 需使用梯度淋洗

4 柱温：30℃

5 流速：1.00～2.00ml/min

6 进样方式：手动或自动进样25µl

5.3 样品测定

**5.3.1** 样品处理

1稀释

高灵敏度的离子色谱法一般用浓度较低的样品，对未知的样品最好先稀释100倍后进样，再根据所得结果选择适当的稀释倍数。

2干扰排除

对有机物含量较高的样品，应先用有机溶剂萃取除去大量有机物，取水相进行分析；对污染严重、成份复杂的样品，可采用预处理柱法同时去除有机物和重金属离子；某些特殊地点现场，提取样品中含氯离子过高，会影响其他离子的测定，可使用银柱前处理，除去样品中氯离子。

**5.3.2**  空白试验

将空白样品(比对试样，即在距爆炸现场较远，未受爆炸残留物污染且与送检样性质相似的部位采集的样品) （见术语2.0.3）如同6.1进行提取后进行色谱分析。

注：自然界存在着与爆炸现场待测物质相同的微量成分,如Na+、NH4+、K+和NO3-等。因此,只有将送检样和当地空白样品比较后,才能得出爆炸残留物种类的正确结论。

**5.3.3**  样品测试

对样品提取液进行离子色谱分析。

为保证分析的重现性和基线的稳定，完成一次样品分离测定后，需用超纯水做空白测试。

5.4 数据处理

**5.4.1** 标准曲线的绘制

根据样品浓度选择混合标准使用液配制5个浓度水平的混合标准溶液，测定其峰高（或峰面积），以峰高（或峰面积）为纵坐标，以离子浓度（mg/L）为横坐标，用最小二乘法计算校准曲线的回归方程。

**5.4.2** 结果分析

在5.2.1和5.2.2条件下，混合阴离子和阳离子标样色谱图见附录A。

采用被测样品保留时间和标准样品保留时间相比较的方法判断被测离子种类。如果没有基体的影响，若相对保留时间偏差在5%以内，则可以确定是该种离子。如有高浓度样品基质的影响，那就要视具体情况而定。

**5.4.3** 重现性

1 保留时间：

1）相对标准偏差RSD≤1.5% (以0.5 mg/L Cl-标准样,重复6次进样计)

2）相对标准偏差RSD≤1.5% (以0.2 mg/L Li+标准样,重复6次进样计)

2 定量浓度：

1）相对标准偏差RSD≤3.0% (以0.5 mg/L Cl-标准样,重复6次进样计)

2）相对标准偏差RSD≤3.0% (以0.2 mg/L Li+3-标准样,重复6次进样计)

**5.4.4** 测试报告

测试报告应该提供下述信息：

1）样品信息；

2）样品提取和干扰排除的描述；

3）分析条件；

4）分析结果。

# 附录A 混合阴离子、阳离子标样离子色谱谱图



图A.0-1 混合阴离子标样离子色谱谱图

1—Cl-；2—NO2-；3—ClO3-；4. NO3-；5—SO42-；6—S2O32- ；7—SCN-；8—ClO4-（1mg˙L-1）



1—Na+；2—NH4+；3—K+；4—Mg2+ （1mg˙L-1）

图A.0-2 混合阳离子标样离子色谱谱图

**本规范用词说明**

**1** 为便于在执行本规范条文时区别对待，对要求严格程度不同的用词说明如下：

1）表示很严格，非这样做不可的：

正面词采用“必须”；反面词采用“严禁”。

2）表示严格，在正常情况均应这样做的：

正面词采用“应”；反面词采用“不应”或“不得”。

3）表示允许稍有选择，在条件许可时首先应这样做的：

正面词采用“宜”；反面词采用“不宜”。

4）表示有选择，在一定条件下可以这样做的，采用“可”。

2 条文中指明应按其他有关标准执行的写法为“应按……执行”或“应符合……的要求”。

**引用标准名录**

GB/T 14666-2003分析化学术语

GA/T 242-2000微量物证的理化检验术语

[GA/T 907-2010 微量物证的提取、包装方法爆炸残留物](https://www.so.com/link?m=aQnWS61JKO995r9kM3km48f3oK7Cd8bpMqBAQIFlSkwMGXq%2BRZvTLotH1IN6NTttARQDIfi6RpRugsM%2Bhqen1Eo7LULoBB8YCFH%2B0wBy49HOxDbZkf0Gx0isRn%2FErOpA1)

JJG 823-2014 离子色谱仪检定规程

中国工程建设协会标准

火场爆炸残留物中典型无机离子检验技术规程

 T/CECS XXX—202X

 条文说明

中国工程建设协会标准

**目  次**

[1 总则 15](#_Toc28703098)

[2 术语 16](#_Toc28703099)

[4 仪器设备 17](#_Toc28703101)

[5 方法程序 18](#_Toc28703102)

# 1 总则

**1.0.1～1.0.4** 离子色谱法主要用于测试火场爆炸残留物中的无机离子。常见的火场爆炸残留物中无机离子主要有：NO2- 、NO3- 、SCN- 、SO42- 、S2O32- 、Cl- 、ClO3- 、ClO4- 、SO42- 、S2O32- 、K+ 、Na+、NH4+和 Mg2+等。为此，本规程规定了火场爆炸残留物中十二种无机离子的离子色谱分析方法，适用于社会公共安全技术领域硝铵炸药、黑火药、烟火药等炸药、能够发生化学爆炸的物料及其爆炸残留物中Na+、NH4+、K+、Mg2+、Cl-、NO2-、ClO3-、NO3-、SO42-、S2O32-、SCN-、ClO4-离子的鉴定，其他无机离子的鉴定请参照其他方法。

# 2 术语

列入本规程的术语是本技术规程专用的，在其它规范标准中未出现过的专业术语。对于在本规程中出现较多，其定义不统一或不全面，执行中容易造成误解，有必要列出的，也选择重点予以列出。在术语定义中尽量做到准确、简明、易懂，同时考虑国内长期以来技术人员的习惯性和术语的通用性，避免矛盾和重复。

# 4 仪器设备

**4.1.2** 在离子色谱中，色谱柱是实现分离的核心部件，要求分离柱效高、交换容量适中和性能稳定。不同性质的离子与固定相表面的离子功能团的相互作用不同，因此，被淋洗液顶替下来的概率不同，流出色谱柱的时间也不一样，即不同性质离子的保留时间不同，依次流出色谱柱进入监测期。采用不同分离方式进行检测时，所使用的色谱柱填料的性质也不同。

离子色谱柱的填料由基质和功能基团两部分组成。阴离子色谱柱所用固定相功能基电荷，一般采用树脂最外层的带负电荷的功能基如磺酸基、羧酸基等阴离子分析色谱柱使用带季铵盐阴离子的交换树脂，树脂最外层的阳离子交换功能基提供树脂分离银离子的能力。柱和阴离子保护柱、阳离子分离柱和阳离子保护柱，只给出色谱填料和所使用淋洗液体系，可使用同等性能色谱柱

# 5 方法和程序

**5.2.1～5.2.2** 阴离子分析淋洗液体系主要有氢氧根体系和碳酸盐体系，对于阴离子分析柱，主要为季铵盐填料，可使用同等性能的分析柱；阳离子分析柱填料一般磺酸或羧酸或硝酸，可使用同等性能的分析柱。（满足性能的分析柱因淋洗液体系不同而异）

**5.3.1** 火场爆炸残留物样品多为混有杂质的爆炸尘土、石块、土块、木屑、铁屑等，可能包括有爆炸火场残留的未完全反应的爆炸物和爆炸反应产物以及现场灭火用的水、沙土及相关灭火剂等。在检验前，需将火场爆炸残留物样品进行前处理，排除干扰，再进行各种检验。

**5.4.2** 由于炸药种类多，在实际案件中的炸药配比情况很复杂，对检验结果的综合判定，还需要考虑到案件的具体情况、现场的特点和可能干扰检验结果的各种因素，必要时通过模拟试验，再综合研究，做出准确的鉴定结论。

**5.4.3** 按照JJG 823-2014 离子色谱仪检定规程，采用电导检测器，检测离子为Cl-或Li+，定性重复性不大于1.5%；定量重复性不大于3%，若为其它检测器检测离子请详见JJG 823-2014 离子色谱仪检定规程 5.2.2.8。