

GB/T 19267.2—2008

8.2 结论

根据检材谱图与比对样品谱图或标准谱图在相同介质和/或 pH 条件下进行的定性比较和定量测定,给出检材或检材中的主要成分与比对样品不相同或可能相同的结论。由于紫外和可见吸收光谱谱带数目少,且特征性不强,物质结构上的改变对吸收光谱影响不大,具有同一基团的不同物质具有相似的吸收光谱,某些组分的强吸收带常掩蔽某些弱吸收带等因素,给紫外和可见吸收光谱定性分析带来困难。紫外和可见吸收光谱可作为一种辅助鉴定工具,配合红外光谱、核磁共振波谱和质谱等,对有机化合物进行定性分析。如要求定量分析,应给出含量范围。如无比对样品,应指明选用的标准谱图所代表的标准样品。

GB/T 19267.2—2008

ICS 13.310
A 92



中华人民共和国国家标准

GB/T 19267.2—2008
代替 GB/T 19267.2—2003

刑事技术微量物证的理化检验 第2部分:紫外-可见吸收光谱法

Physical and chemical examination of trace evidence in forensic sciences—
Part 2: Ultraviolet-visible absorption spectroscopy



GB/T 19267.2—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-34849

定价: 14.00 元

2008-08-14 发布

2009-03-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
刑事技术微量物证的理化检验
第 2 部分:紫外-可见吸收光谱法

GB/T 19267.2—2008

*

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 0.75 字数 17 千字

2008 年 12 月第一版 2008 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-34849 定价 14.00 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

式中:

A ——被测样品在选定波长处吸光度;

C ——待测组分浓度;

a ——标准曲线截距;

b ——标准曲线斜率。

7.3.4 校准曲线法

配制系列浓度的标准溶液,在相同测定条件下,分别测定吸光度,然后以标准溶液的浓度(C)为横坐标,以相应的吸光度(A)为纵坐标,绘制 $A-C$ 关系图。导数光谱中,应以振幅值($d^n A/d\lambda^n$)与相应的浓度作图,在符合定律时,均可获一直线。根据被分析样品吸光度在曲线上查出被分析样品的浓度。

7.3.5 差示吸收光谱法

用吸收光谱仪进行定量测定时,样品溶液浓度过大或过低,均会使测量误差增大。为了克服这种缺点,改用标准溶液作为参比溶液来调节仪器的 100% 或 0% 透过率,测量样品溶液对标准溶液的透过率。差示吸收光谱法根据参比溶液的不同有三种测定方法:

- 高吸收法:用一个比样品溶液浓度稍低的标准溶液作参比溶液,调节仪器的透过率为 100%,然后测定样品溶液的吸光度,这种方法适用于测定高含量的样品;
- 低吸收法:用一个比样品溶液浓度稍高的标准溶液作参比溶液,调节仪器的透过率为 0%,再测定样品溶液的吸光度,这种方法适用于痕量物质的测定;
- 高精密度法:选择两个组分相同而浓度不同的标准溶液作参比溶液,样品溶液的浓度介于两者之间,先用一个比样品溶液浓度大的作参比,调节透过率为 0%;再用一个比样品溶液浓度小的作参比,调节透过率为 100%,然后测定样品溶液的吸光度。

7.3.6 双波长吸收光谱法

双波长吸收光谱法是利用双波长吸收光谱仪进行吸收光谱测定。由光源发射的光线分别经两个单色器,得到两条不同波长的单色光,交替照射同一溶液吸收池,得到吸光度差值 ΔA 。 ΔA 与溶液浓度之间具有如下关系:

$$\Delta A = (\epsilon_{\lambda_2} - \epsilon_{\lambda_1})bc$$

式中:

ϵ_{λ_1} ——溶液在波长 λ_1 的摩尔吸收系数;

ϵ_{λ_2} ——溶液在波长 λ_2 的摩尔吸收系数。

利用 ΔA 与样品浓度的正比关系进行定量测定。双波长吸收光谱测定时,必须选择合适的波长 λ_1 和 λ_2 。其基本要求是在两个波长处,待测组分和干扰组分应有相同的吸光度,且在两个波长处应有足够大的吸光度值。为满足上述要求, λ_2 选在待测组分的吸收峰处, λ_1 取在干扰组分的等吸收点。若无等吸收点可利用, λ_1 则取在吸收光谱下端某一波长处。

7.3.7 多组分同时测定方法

当溶液中存在 n 个组分时,各组分均遵循比尔定律,而且最大吸收峰互不重叠,此时可以进行多组分同时测定。在测定时,在 n 个波长分别测定样品溶液的吸光度,根据吸光度的加和性,列出相应的 n 个方程。解联立方程组,求得各组分的浓度。

8 结果表述

8.1 分析数据的表达

紫外和可见光谱图是常见的分析结果输出形式,不过供分析和计算用的 UV-Vis 光谱也可用各个波长下的吸光度的一组数据来表示。导数光谱则用选定波长处的振幅值的一组数据表示。定量分析的结果是以被测物的浓度表示,并附上标准曲线及其标准偏差。

7 试验方法

7.1 分析步骤

7.1.1 设定波长范围、吸光度范围、扫描速度等测定参数。

7.1.2 使用溶解试样的溶剂检查样品池和参比池的吸收或透过空白值。

7.1.3 放入样品,扫描,绘制谱图。

7.2 定性分析

7.2.1 目标物认定

根据试样在紫外和可见区域的吸收光谱图,实现化合物的鉴定。这包括谱图中吸收峰的数目、位置、强度(摩尔吸光系数或质量吸光系数)以及吸收峰的形状(极大、极小和拐点)等光谱特征与纯化合物谱图或者谱图册中标准谱图相比较。

7.2.2 未知物检验

对于一个未知化合物,它的紫外吸收光谱可以提供是否含有共轭系统,共轭体系有多大,可能存在的官能团以及其他可能的结构信息。将紫外吸收光谱与其他方法,如红外吸收光谱、质谱、核磁共振波谱等方法所得到的数据进行综合分析,以进一步鉴定未知化合物。

7.2.3 比对检验

即检验该检材是否与某种比对样品(纯化合物或者商品),除了比对峰、谷、肩的位置、数目和形状外,还需比较检材和比对样品的吸光度数值,当这些参数完全相同时才有可能为相同物质。

7.3 定量分析

7.3.1 绝对法

被测物浓度用下式计算:

$$C = A / (B \times \epsilon)$$

式中:

A——测得的吸光度;

B——吸收池的厚度,单位为厘米(cm);

ϵ ——被测物摩尔吸光系数。

在没有标准样品的情况下可以利用有关手册或文献报道的值,测样时应使用文献或手册上指明的溶剂。

7.3.2 标准对照法

单组分测定时,配置适当浓度的标准物使其吸光度 A 在 0.27~0.64 之间,当 A 在黄金分割值 0.43 时测量误差最小。待测组分的浓度尽量与标准物浓度相近。另外,确保在待测组分的选定波长下没有其他杂质成分的干扰。

被测物浓度用下式计算:

$$C_{\text{样}} = C_{\text{标}} \times A_{\text{样}} / A_{\text{标}}$$

式中:

$A_{\text{样}}$ ——样品的吸光度;

$A_{\text{标}}$ ——标准品的吸光度;

$C_{\text{标}}$ ——标准溶液浓度。

7.3.3 回归直线法

用最小二乘法求得校准曲线和线性范围后,用插入法,按照下式计算被测样品的浓度。应同时提供标准偏差值,计算公式如下:

$$A = bC + a$$

前 言

GB/T 19267《刑事技术微量物证的理化检验》分为 12 个部分:

——第 1 部分:红外吸收光谱法;

——第 2 部分:紫外-可见吸收光谱法;

——第 3 部分:分子荧光光谱法;

——第 4 部分:原子发射光谱法;

——第 5 部分:原子吸收光谱法;

——第 6 部分:扫描电子显微镜/X 射线能谱法;

——第 7 部分:气相色谱-质谱法;

——第 8 部分:显微分光光度法;

——第 9 部分:薄层色谱法;

——第 10 部分:气相色谱法;

——第 11 部分:高效液相色谱法;

——第 12 部分:热分析法。

本部分为 GB/T 19267 的第 2 部分。

本部分代替 GB/T 19267.2—2003《刑事技术微量物证的理化检验 第 2 部分:紫外-可见吸收光谱法》。

本部分与 GB/T 19267.2—2003 相比主要变化有:

——补充了术语和定义的内容(本部分的 3.8、3.9、3.14~3.16);

——增加了检测器种类(本部分的 5.3.4);

——增加了“控制系统”和“数据处理系统”的内容(本部分的 5.3.5、5.3.6);

——删除了“记录仪”的内容(GB/T 19267.2—2003 的 5.2.5);

——对实验条件设定进行了修改和补充(本部分的 5.5.2、5.5.4);

——修改和补充了定量分析的内容(本部分的 7.3.1、7.3.5~7.3.7;GB/T 19267.2—2003 的 7.3.3.1~7.3.3.5);

——增加了结论的表述内容(本部分的 8.2)。

本部分由中华人民共和国公安部提出。

本部分由全国刑事技术标准化技术委员会理化检验标准化分技术委员会(SAC/TC 179/SC 4)归口。

本部分起草单位:湖北省武汉市公安局刑事侦查局。

本部分主要起草人:张红旗、李娟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 19267.2—2003。