

GB/T 19267.10—2008

7.4.3 外标法

外标法的标准物与待测物为同一化合物。由纯标准化合物获得浓度与相应峰面积的工作曲线,在相同色谱条件下插入分析未知物峰面积以获得待测物组分的含量。

7.5 分析误差

7.5.1 系统误差

系统误差是一种固定重复出现的误差。它与色谱仪选择不正确的分流比、衰减比或不纯的标样产生的误差以及在读取注射进样器刻度等引入的误差有关。

7.5.2 精密度

表示所测定数据的重现性的好坏。通常用偏差表示。在色谱法定量分析中,相对标准偏差要小于5%。

8 结果表述

将检材的色谱图与对照样品的色谱图(或标准色谱图)进行定性比较和/或定量测定后,给出检材与何种样品有相同或不同的成分以及含量范围的结论。

GB/T 19267.10—2008

ICS 13.310
A 92



中华人民共和国国家标准

GB/T 19267.10—2008
代替 GB/T 19267.10—2003

刑事技术微量物证的理化检验 第10部分:气相色谱法

Physical and chemical examination of trace evidence in forensic sciences—
Part 10: Gas chromatography



GB/T 19267.10—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-34857

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 10 部 分：气 相 色 谱 法

GB/T 19267.10—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 11 月 第 一 版 2008 年 11 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·1-34857 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

SE54(DB-5)等。

7.2.2 填充柱选择

7.2.2.1 柱内径选择

因不同厂家仪器型号不同,填充柱柱内径一般在 2.0 mm~3.0 mm 之间,柱内径越窄,则柱效越高。

7.2.2.2 柱长选择

填充柱有 1.0 m、1.5 m、2.0 m、3.0 m 和 5.0 m 等规格。根据被分析物性质不同,通常选用 1.0 m~3.0 m 间柱长。

7.2.3 毛细管柱选择

7.2.3.1 柱内径选择

毛细管色谱柱的特点在于它的“空心性”,又称为开管柱。毛细管柱内径一般分为 0.25 mm、0.32 mm、0.53 mm 和 0.75 mm 等规格。通常情况下柱内径越细,它的分离效率越高。因此,在分析复杂物质时,应选用 0.25 mm 或 0.32 mm 柱内径,反之亦然。

7.2.3.2 柱长选择

根据被分析物的不同,在使用 0.25 mm 或 0.32 mm 柱内径时,应选择柱长为 25 m~30 m;使用 0.53 mm 或 0.75 mm 柱内径时,应选择柱长为 10 m~20 m。

7.2.4 载气流速选择

根据被分析物及组成不同,应选择合适的填充柱和毛细管柱载气流速。在实际分析中用氮气作载气时,常用载气线速度为:填充柱 8 cm/s;毛细管柱 16 cm/s。

7.2.5 柱温选择

应根据样品沸点范围选择柱温。目前,常采用恒温和程序升温两种方式。

7.2.6 检测器选择

应根据被分析物性质不同,选择适宜的色谱检测器。一般的原理是,热导检测器:对所有化合物均有响应;氢火焰离子化检测器:适用于有机物分析;电子捕获检测器:适用于卤素、氧和氮等含电负性较大元素化合物的分析;氮磷检测器:只对含氮、磷化合物有明显响应值,适用于氮磷化合物分析;火焰光度检测器:适用于硫、磷化合物分析。

7.3 定性分析

7.3.1 色谱峰保留值定性

按化合物色谱峰的保留时间(t_R)或调整保留时间(t'_R)值作为定性依据。

7.3.2 同系物对数图(单柱)定性

同系物各组分可以通过作调整保留时间的对数与碳原子数、亚甲基数、沸点等的关系图进行定性。

7.3.3 保留指数 I 定性

按照计算的保留指数(I)值作为定性依据。

7.3.4 与其他仪器联用的定性分析

气相色谱本身在定性分析方法上有很大的局限性。应与其他分析仪器联用进行定性分析。常采用的是气相色谱-质谱(GC/MS)联用仪和气相色谱-傅立叶变换红外光谱(GC/FTIR)联用仪。

7.4 定量分析

7.4.1 归一化法

当样品中所有组分均能流出色谱柱并在检测器上产生响应信号时,利用定量校正因子由归一化法(即百分含量法)计算分析结果。

7.4.2 内标法

预先获得内标物与不同浓度的待测组分响应值之比和待测组分构成的浓度校准曲线,从含已知量内标物的样品色谱图上,求出样品中待测组分的含量。

试剂[将 25% (W/W) 四甲基氢氧化铵水溶液(TMAH)与甲醇按 1:50 比例(V/V)配成溶液],振摇半分钟,便可直接注入气相色谱仪内分析。检材提取液浓度应控制在 mg/mL 级。

6.2.2 轻质矿物油检材

轻质矿物油包括汽油、煤油、柴油及挥发性有机油料油。用乙醚或石油醚提取油斑迹或燃烧残留物,浓缩至一定浓度(必要时可用 KD 浓缩器浓缩)进行 GC 分析。也可进行顶空分析仪、热脱附仪及固相微萃取(SPME)气相色谱分析。

6.2.3 重质矿物油检材

重质矿物油包括各种机械油、润滑油、变压器油等及原油和沥青。用乙醚溶解提取上述重质矿物油,提取液浓缩至一定浓度进行气相色谱分析。

6.2.4 炸药检材

用丙酮或氯仿提取各种爆炸残留物,提取液浓缩至一定浓度,进行气相色谱分析。在检材比较复杂、残留量少的情况下,可先进行薄层色谱或固相萃取的预分离,然后再将提取液浓缩进行气相色谱分析。

6.2.5 粘合剂检材

水溶性粘合剂可用蒸馏水浸润后,与载体进行剥离并收集到载物片上,备检。附着在各种载体上的固体粘合剂微粒,用尖型手术刀在体视显微镜(10×1.5 倍~10×4.0 倍)下,进行分离,收集到载物片上备检。具体操作可参考相应裂解器的操作手册。

6.2.6 涂料、塑料、橡胶制品检材

常量橡胶制品可直接在体视显微镜(10×1.5 倍~10×4.0 倍)下,用尖型手术刀切成适当大小,备检。对于微小涂料颗粒,微量塑料、橡胶残留物,可采用专用的硬性胶纸(即水活化胶粘剂)提取,在体视显微镜下进行剥离,收集到载物片上备检。具体操作可参考相应裂解器的操作手册。

6.2.7 纤维检材处理和样品制备

由于各种纤维检材微小,易断,要用尖嘴镊子仔细将微小纤维搜集到干净的塑料袋中或夹于载物片中间,封紧。然后,在体视显微镜(10×1.5 倍~10×4.0 倍)下,用尖型手术刀切成适当大小备检。具体操作可参考相应裂解器的操作手册。

7 实验方法

7.1 实验步骤

7.1.1 接通载气气源,接通电源,开主机,设定载气流速或压力。

7.1.2 设定柱温、汽化室及检测器温度参数。温度平衡后,设定灵敏度范围、分析时间等参数,如 FID 检测器,还需打开燃气(氢气)、助燃气(空气)气源,点火。

7.1.3 待设定各项参数平稳后,按设定的程序运行基线,作相应的空白溶剂及标准样品测定,以检查仪器的灵敏度。然后进行检测,获得被分析物的气相色谱图。

7.1.4 分析测试结束后,应先降低柱温、汽化室及检测器温度,关闭主机及其他附属电源,最后关闭气源。

7.2 实验条件选择

7.2.1 固定液的选择

在气相色谱分析中,固定液的选择尤为重要。固定液按照极性强弱可分为非极性、弱极性、中等极性和强极性。目前应用最普遍的是麦克瑞诺(McReynolds)常数($\Sigma/\Delta I$)表示固定液的极性大小。根据被分析的化合物不同,可选择适宜的固定液。交联熔融石英毛细管柱现在已经被广泛应用并已商品化。因此毛细管柱的选择应按照被分析化合物而定。常用于微量物证检材分析的柱子是 SE30(DB-1)和

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 10 部分。

本部分代替 GB/T 19267.10—2003《刑事技术微量物证的理化检验 第 10 部分:气相色谱法》。

本部分与 GB/T 19267.10—2003 相比主要变化如下:

- 增加和修改了部分术语(本部分的 3.1、3.2、3.6~3.8、3.19 和 3.21;GB/T 19267.10—2003 的 3.14);
- 修改了部分检材的处理方法(本部分和 GB/T 19267.10—2003 的 6.2.1、6.2.2)。

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:河北省公安厅。

本部分主要起草人:刘久华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 19267.10—2003。