

ICS 13.310
A 92



中华人民共和国国家标准

GB/T 19267.7—2008
代替 GB/T 19267.7—2003

GB/T 19267.7—2008

刑事技术微量物证的理化检验 第7部分：气相色谱-质谱法

Physical and chemical examination of trace evidence in forensic sciences—
Part 7: Gas chromatography/mass spectrometry

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7部分：气相色谱-质谱法
GB/T 19267.7—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

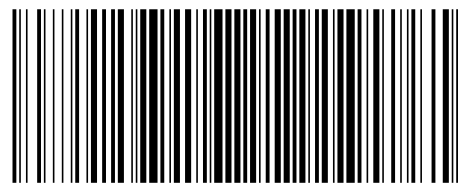
电话：68523946 68517548

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 14 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

书号：155066·1-34854 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



GB/T 19267.7—2008

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

7.4.3 定量分析

GC/MS 联用定量分析,化合物特征质量离子的峰面积或峰高与相应待测组分的含量成正比。

7.4.3.1 定量方法

归一化法,外标标准曲线法,内标标准曲线法。

7.4.3.2 定量分析的注意事项

仪器校准,定性及积分准确,线性范围,标准曲线再校正。

8 定性的准确性与定量的误差

8.1 定性的准确性

GC/MS 的定性分析实验需重复两次以上。基本条件是保留时间相同,谱库检索匹配率不低于 90%。注意同分异构体特别是立体异构体以及同系物、类似物的相互干扰。进行必要谱图解析并结合其他有机结构分析方法确证、分辨。

8.2 定量的误差

GC/MS 定量分析的误差受色谱柱、进样方式、升温程序、调谐、特征离子等的影响。具体包括仪器校正,定性要准确(色谱保留时间定性、质谱定性、特征离子定性、确证离子的选择),峰面积的准确积分,标准曲线的线性范围,标准曲线的再校正。分为三部分:色谱、质谱、定量程序。

9 结果表述

将检材的色谱-质谱图与对照样品的色谱-质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。表述应当简单明了,应当注明试样组分的化学名称、分子量、分子式以及试样中的含量(定量需求)。应当附试样组分的谱图或数据表,定量表。标准品应当附上图谱或数据表。谱库检索应当注明匹配谱图,匹配率。GC/MS 分析应当附试样组分的总离子流图试样组分保留时间。

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 7 部分。

本部分代替 GB/T 19267.7—2003《刑事技术微量物证的理化检验 第 7 部分:气相色谱-质谱法》。

本部分与 GB/T 19267.7—2003 相比主要变化有:

- 增加了术语和定义的内容(本部分的 3.1,3.19~3.25);
- 对标准中“仪器调谐”和“毛细管柱选择”部分进行了修改(本部分和 GB/T 19267.7—2003 的 5.3.1、7.2.1);
- 对样品的制备作了部分的补充和修改(本部分和 GB/T 19267.7—2003 的 6.3);
- 对样品的检测作了部分的补充和修改(本部分和 GB/T 19267.7—2003 的第 7 章);
- 对样品的结果作了部分的补充和修改(本部分和 GB/T 19267.7—2003 的第 8 章)。

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:内蒙古自治区公安厅。

本部分主要起草人:伊力野。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 19267.7—2003。

求,获得最佳定性、定量分析条件。标准品为 PFT-B 或 FC43(适用于质量范围小于 1 000 的低分辨气相色谱-质谱联用仪)。

5.3.2 质量校正

仪器调谐的同时完成质量校正。标准品为 PFT-B 或 FC43(适用于质量范围小于 1 000 的低分辨气相色谱-质谱联用仪)。

6 检材的处理

6.1 检材的要求

气相色谱-质谱法分析一般适用于在 350 ℃ 以下可以汽化的检材样品以及通过裂解、衍生化的物质。

6.2 检材的处理

6.2.1 溶剂法

采用有机溶剂提取检材的方法。基本原理是相似相溶性。溶剂提取是样品处理的第一步。对于爆炸残留物和射击残留物适用的溶剂是丙酮;矿物油,动、植物油适用的溶剂是乙醚或乙酸乙酯;火灾现场的纵火剂残留物适用的溶剂是二硫化碳;染料等有色检材适用的溶剂是极性溶剂;纵火剂、矿物油、射击残留物溶剂提取可直接进行 GC/MS 分析。

6.2.2 色谱法

一般选用的色谱法是柱色谱法、薄层色谱法、固相色谱法等。适用的范围是对干扰物做进一步前期净化处理,特别是爆炸现场残留物,现场生物检材,现场染料、有色物检材,现场树枝、油脂检材等情况。

6.2.3 化学法

一些不适用气相色谱-质谱法分析的检材样品可进行化学衍生化后进行分析。适用的范围是动、植油脂不能直接进行 GC/MS 分析。进行化学衍生化水解为脂肪酸,甲基化后进行 GC/MS 分析。一些不适用气相色谱-质谱法分析的检材样品可进行化学衍生化后进行分析。

6.2.4 其他方法

顶空法、热吸附法、超声波法、热裂解法、真空吸附法、直接进样法、固相微萃取法等。

6.2.5 干扰物质

一些物质影响或干扰气相色谱-质谱法的分析。常见的有手上的油脂、器皿上的硅油脂、溶剂中的高沸点碳氢化合物、塑料制品中的增塑剂和抗氧化剂、橡胶制品中的抗老化剂和促进剂等。

6.3 检材试样的制备

6.3.1 气体检材

现场直接提取的气体检材样品适宜直接进行 GC/MS 分析。常用现场采样方法有下列两种:

- 球胆或气袋法;
- 吸附法。

6.3.2 液体检材

液体检材样品适宜 GC/MS 分析。易挥发液体直接进样 GC/MS 分析,进样量控制在 0.1 μL 以下。采用溶剂提取的检材样品,一般使用色谱纯,低沸点,中性极性溶剂。对含水检材必须进行脱水处理后进行 GC/MS 分析。

6.3.3 固体检材

固体检材样品一般不适宜直接 GC/MS 分析,须分别处理,处理方法如下:

- 固体检材样品挥发性符合要求可制成液体试样进行 GC/MS 分析;
- 固体检材样品符合衍生化要求可衍生化后进行 GC/MS 分析;
- 固体检材样品挥发性、衍生化均不符合要求,应采用进样杆直接进样分析。

刑事技术微量物证的理化检验

第 7 部分:气相色谱-质谱法

1 范围

GB/T 19267 的本部分规定了气相色谱-质谱法的检验方法。

本部分适用于刑事技术领域中微量物证的理化检验,其他领域可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 19267 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 14666 分析化学术语

3 术语和定义

GB/T 14666 中确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

气相色谱法 **gas chromatography(GC)**

以气体为流动相的色谱法。

3.2

质谱法 **mass spectrometry(MS)**

试样分子被电离后,形成不同荷质比的离子,根据这些离子的质量数和相对丰度分析试样的方法。

3.3

气相色谱-质谱法 **gas chromatography/mass spectrometry**

通过气相色谱分离组分和质谱对各组分进行定性、定量的实时分析的方法。

3.4

气相色谱-质谱联用仪 **gas chromatography/mass spectrometer(GC/MS)**

由气相色谱与质谱仪通过接口构成的整体联用仪器。

3.5

电子电离 **electron ionization(EI)**

气态试样分子被具有一定动能的电子束轰击而离子化的过程。

3.6

化学电离 **chemical ionization(CI)**

试样分子与反应离子碰撞并发生分子-离子反应,使试样分子离子化的过程。

3.7

质谱-质谱联用仪 **mass spectrometer/mass spectrometer(MS/MS)**

二台或二台以上质谱仪在空间上前后串联,或是用同一台质谱仪按时间顺序串联的整体联用装置。