



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 19267.6—2008  
代替 GB/T 19267.6—2003

GB/T 19267.6—2008

## 刑事技术微量物证的理化检验 第6部分:扫描电子显微镜/X射线 能谱法

Physical and chemical examination of trace evidence in forensic sciences—  
Part 6: Scanning electron microscope/X ray energy dispersive 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6部分:扫描电子显微镜/X射线  
能谱法

GB/T 19267.6—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

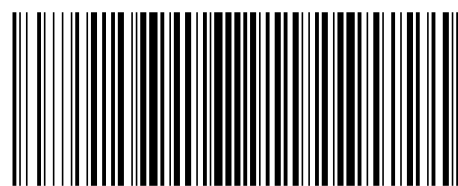
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字  
2008年12月第一版 2008年12月第一次印刷

\*

书号:155066·1-34853 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 19267.6—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

8.2 能谱仪分析以能谱图和数据形式,必要时可附带观察区域的照片,使结果更加直观。

8.3 扫描电子显微镜/X射线能谱仪综合分析应多区域,多点分析,并附以电镜照片、能谱图或数据。

#### 8.4 结论

8.4.1 扫描电子显微镜/X射线能谱仪法通常应给出元素的定性、半定量分析结果。半定量分析有归一化和非归一化结果两种,推荐使用非归一化结果。当确认没有遗漏元素并且非归一化结果在95%~105%之间时,才能将结果归一化。

8.4.2 当扫描电子显微镜/X射线能谱仪同其他仪器配合使用时,应结合其他方法的检测结果,用数理统计方法对数据进行处理和综合分析,得出结论。

## 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6部分。

本部分代替GB/T 19267.6—2003《刑事技术微量物证的理化检验 第6部分:扫描电子显微镜法》。

本部分与GB/T 19267.6—2003相比主要变化有:

- 标准名称采用“扫描电子显微镜/X射线能谱法”;
- 增加了环境电子显微镜的术语(本部分的3.2、3.18);
- 增加了环境电子显微镜的原理部分(本部分的4.1);
- 仪器的组成、指标作了必要的变动(本部分和GB/T 19267.6—2003的第5章);
- 修改了样品的制备的内容(本部分的6.4.1、6.4.2,GB/T 19267.6—2003的6.3、6.4);
- 增加了工作距离内容的描述(本部分的7.2.4);
- 修改了样品分析的内容(本部分和GB/T 19267.6—2003的7.3)。

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:上海市公安局物证鉴定中心。

本部分主要起草人:丁敏菊、邵致远。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 19267.6—2003。

5.2.2 能谱仪在 MnK<sub>α</sub> 处的分辨率优于 133 eV(计数率为 2 500 cps 时),优质的超轻元素能谱仪探测器的分辨率指标在超轻元素 F K<sub>α</sub> 优于 70 eV(计数率为 2 500 cps 时),C K<sub>α</sub> 优于 66 eV(计数率为 2 500 cps 时)。

5.2.3 当样品的条件较好时,通常的钨灯丝扫描电镜有效放大倍率为 20 倍~100 000 倍,场发射扫描电镜有效放大倍率为 20 倍~200 000 倍。

5.2.4 能谱仪的元素分析范围为 Be<sup>4</sup>—U<sup>92</sup>。

## 6 样品制备

### 6.1 样品要求

6.1.1 样品是化学上和物理上稳定的固体,在真空及在电子束轰击下不挥发、不变形、无放射性和腐蚀性,适应于高、低真空扫描电镜的观察。

6.1.2 样品是在自然状态下的含水、含油及其他不导电样品,适应于环境扫描电镜的观察。

### 6.2 样品的提取

6.2.1 当被检测物质以附着物形式存在时,应将其载体一起,在显微镜下用适当的工具进行提取。

6.2.2 提取供物证检验的对比样品。

6.2.3 提取物证样品所处环境周围无污染的空白物品。

### 6.3 非生物检材的样品制备

6.3.1 微小物体可直接用导电胶带粘于样品台上。

6.3.2 多层油漆片样品用切片法制样,再粘于样品台上。选定的检测截面要平行于样品台。

6.3.3 金属颗粒样品可用导电胶粘于导体样品台上。粘接固定时,应尽量使样品表面平行于样品台。

6.3.4 不规则、较大的样品可用碳导电胶或导电橡皮泥固定于样品台。

6.3.5 大样品可用专用样品台固定于样品台座上。

### 6.4 样品处理

#### 6.4.1 用于高、低真空扫描电镜观察的生物组织的固定与脱水处理

高、低真空扫描电镜观察的生物组织的固定与脱水处理包括以下三个步骤:

- 选择用 2.5% 磷酸缓冲溶液的戊二醛和 1% 四氧化锇双固定液,或其他适用不同生物样品特性的缓冲固定溶液浸泡样品一定时间,进行固定;
- 用乙醇配制成 50%、70%、95%、100% 系列脱水剂分次浸泡样品一定时间,进行梯度脱水;
- 使用二氧化碳临界点干燥仪进行样品干燥,具体按照仪器操作程序进行。

#### 6.4.2 环境扫描电镜观察中非导电样品的处理

用环境扫描电镜观察非导电样品特别是生物样品时,样品不需固定、脱水和表面导电处理,可直接放于有导电胶样品台上。

#### 6.4.3 非导体样品的表面导电化处理

##### 6.4.3.1 离子溅射法

按离子溅射仪的操作手册操作,在样品表面蒸一层导电膜,如金膜、铂膜或碳膜等。

##### 6.4.3.2 真空蒸镀

按真空镀膜仪操作手册操作,在样品表面蒸一层导电膜,如金膜、铂膜或碳膜等。

## 7 检测

### 7.1 仪器的工作条件

按照厂家说明书中有关振动、电源、地线、室温、湿度、磁场、循环水系统等要求确定仪器的安装条件,保证仪器能够正常运转和提供正确的数据。

## 刑事技术微量物证的理化检验 第 6 部分:扫描电子显微镜/X 射线 能谱法

### 1 范围

GB/T 19267 的本部分规定了扫描电子显微镜和与 X 射线能谱仪联用的检验方法。

本部分适用于刑事技术领域中的微量物证的理化检验,其他领域亦可参照使用。

### 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 13966 分析仪器术语

### 3 术语和定义

GB/T 13966 中确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

#### 3.1

##### 扫描电子显微镜法 scanning electron microscopy (SEM)

由电子枪发射并经电磁透镜聚焦的电子束在扫描线圈的磁场作用下,在样品表面按一定的时间、空间顺序作光栅扫描(也称逐点扫描),由探测器接收样品中激发的二次电子等信号,再经光电转换,在显示器上观察到反映样品表面貌似的电子图的方法。

#### 3.2

##### 环境扫描电子显微镜法 environmental scanning electron microscopy (ESEM)

环境扫描电镜是近年发展起来的新型扫描电镜。常规扫描电镜样品室真空度必须优于  $10^{-3}$  Pa,非导体及含水样品需要表面镀导电层,而 ESEM 的样品室通入气体处于低真空的“环境”状态(气压可达到 2 600 Pa),根据气体电离及放大原理,非导体及含水样品可以不经表面导电处理就能直接观察。

#### 3.3

##### X 射线能谱法 energy dispersive spectrometry (EDS)

用具有一定能量和强度的粒子束轰击试样物质,根据试样物质被激发的粒子能量和强度,或被试样物质反射的粒子能量和强度的关系图(称为能谱)实现对试样的非破坏性元素分析、结构分析和表面物化特性分析的方法。

#### 3.4

##### 扫描电子显微镜/X 射线能谱法 scanning electron microscope/energy dispersive spectrometry (SEM/EDS)

微束电子轰击试样,激发试样微区的各元素特征 X 射线,探测系统显示出该微区各元素特征的 X 射线能量和强度的关系图(称能谱)以及它们在试样表面的分布图。