

ICS 13.310
A 92



中华人民共和国国家标准

GB/T 19267.12—2008
代替 GB/T 19267.12—2003

GB/T 19267.12—2008

刑事技术微量物证的理化检验 第 12 部分：热分析法

Physical and chemical examination of trace evidence in forensic sciences—
Part 12: Thermoanalysis

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 12 部分：热分析法
GB/T 19267.12—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：155066·1-34859 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 19267.12—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

7.4.2 TG 曲线和 DTG 曲线

试样的 TG 曲线和 DTG 曲线与比对样品的测试结果加以比较,也可作为定性分析的依据。但 TG 与 DTG 有区别。TG 曲线可以确定开始失重的温度及在升温过程中各阶段失重的百分数,但不易区分整个升温过程中各阶段失重变化的互相衔接和重叠;DTG 曲线上能呈现出明显的最大值,以峰的最大值为界把失重阶段分成几个部分,并显示出重叠反应。

7.5 定量计算

7.5.1 热效应的计算

热效应的量值与 DTA 曲线和 DSC 曲线的峰面积成正比,由曲线峰面积计算热效应量值是广泛采用的方法,其关系式可表示为:

$$\Delta H = K \times A$$

式中:

ΔH ——热量;

A ——曲线峰的面积;

K ——仪器校正系数,校正系数可通过测定已知热效应量值的标准物质求算。

峰面积的测算早期采用剪纸称重法或积分仪等。现在都通过数据处理装置,采用计算机测算,并在曲线上直接换算成 ΔH 显示记录。试样在反应或转变过程中的热效应是鉴定试样种类和纯度的重要依据。

7.5.2 试样中组分的定量计算

混合物中某一组分在其反应或转变过程中吸收或放出的热量(ΔH)与它在混合物中的百分含量成正比,因此由测试该试样中某组分的 DSC 曲线时所得的 ΔH 值与该组分的纯对照样品的 ΔH 值即可算出试样中某组分的百分含量。例如混纺制品中组成纤维的混纺百分比可用下式计算:

$$\text{试样中组分的百分含量} = \frac{\Delta H_{\text{试}}}{\Delta H_{\text{纯}}} \times 100\%$$

8 结果表述

根据试样的热分析曲线与已知比对样品的热分析曲线进行比较,根据样品的熔点、热焓、结晶温度、结晶热等参数的异同,可得到相同或不同的结论,或得出试样物质种类或不是某种物质的结论。

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:高压液相色谱法;
- 第 12 部分:热分析法。

本部分为 GB/T 19267 的第 12 部分。

本部分代替 GB/T 19267.12—2003《刑事技术微量物证的理化检验 第 12 部分:热分析法》。

本部分与 GB/T 19267.12—2003 相比主要变化有:

- 对部分术语和定义进行了修改(本部分和 GB/T 19267.12—2003 的 3.5、3.7、3.8);
- 对程序温度控制系统部分进行了补充和修改(本部分和 GB/T 19267.12—2003 的 5.1.1);
- 对数据处理装置与记录显示系统部分进行了修改(本部分和 GB/T 19267.12—2003 的 5.1.3);
- 对有载体的检材部分进行了补充(本部分和 GB/T 19267.12—2003 的 6.1.2.2);
- 对试样量部分进行了补充修改(本部分和 GB/T 19267.12—2003 的 7.1.4);
- 对坩埚选择部分进行了修改(本部分和 GB/T 19267.12—2003 的 7.1.6);
- 对结果表述部分进行了补充修改(本部分和 GB/T 19267.12—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:公安部物证鉴定中心。

本部分主要起草人:陶克明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 19267.12—2003。

表 3 热焓校正标准物质

标准物质	转变温度/℃	$\Delta H/(J/g)$
硬脂酸	69	198.88
苯甲酸	121.8	141.93
KNO ₃	128	53.84
In	156.6	28.45
季戊四醇	187.8	322.82
Sn	231.9	59.50
KClO ₄	299.8	99.23
Pb	327.4	22.92
Zn	419.5	102.24
LiBr	553	150.73
Al	659	397.35

5.4 仪器主要技术指标

仪器必须达到以下技术指标：

- 温度准确性： $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 温度重现性： $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- DSC 的 ΔH 准确性： $\pm 2\%$ ；
- 热天平的质量准确性： $\pm 0.2\%$ 。

6 试样制备

6.1 试样的处理

6.1.1 液体样品

液体样品可直接放入坩埚内进行测试。

6.1.2 固体样品

6.1.2.1 无载体的检材

无载体的检材(如塑料、橡胶、泥土等)经过粉碎处理后,即可放入坩埚内进行测试。

6.1.2.2 有载体的检材

有载体的检材(如纤维上的染料、纸张上的油墨、金属或木材表面的油漆,纸张或木材表面的黏合剂等)应采用物理方法将待测试样从载体上刮取下来或用合适的溶剂将待测试样萃取出来,并将溶剂挥干。

6.2 固体试样的制备

大颗粒的固体试样必须事先进行粉碎。一般的固体试样研磨后的直径在 $0.1\text{ }\mu\text{m}\sim 0.5\text{ }\mu\text{m}$ 范围;纤维等试样则需用剪刀剪碎,越细越好。

6.3 比对样品的制备

比对样品应在与试样制备相同的条件下,用相同的方法制备。

7 试验方法

7.1 试验条件的确定

7.1.1 测量温度范围

起始温度通常为室温,终止温度一般选择在试样完成反应或转变过程后继续升温 $50\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

刑事技术微量物证的理化检验 第 12 部分:热分析法

1 范围

GB/T 19267 的本部分规定了热分析的检验方法。

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

热分析 thermal analysis(TA)

在程序控制温度下,测量物质的物理性质与温度的关系的一类技术。

3.2

热重法 thermogravimetry(TG)

在程序控制温度下,测量物质的质量与温度关系的技术。

3.3

微商热重法 derivative thermogravimetry(DTG)

将热重法得到的热重曲线对温度或时间一阶微商的方法,即重量变化速率作为温度或时间的函数被连续记录下来。

3.4

差热分析法 differential thermal analysis(DTA)

在程序控制温度下,测量物质和参比物的温度差与温度关系的技术。

3.5

差示扫描量热法 differential scanning calorimetry(DSC)

在程序控制温度下,测量输入到物质和参比物的能量差与温度关系的技术。按测量方法可分为:功率补偿式差示扫描量热法(Power-Compensation differential scanning)和热流式差示扫描量热法(Heat-flux differential scanning calorimetry)。

3.6

同时联用技术 simultaneous techniques

在程序控制温度下,对一个试样同时采用两种或多种热分析技术。例如同时进行热重测量与差热分析。用缩写表示时,应在二者之间加一短线,例如 TG-DTA。

3.7

串联联用技术 coupled simultaneous techniques

在程序控制温度下,对一个试样同时采用两种或多种技术来进行分析,所用的仪器通过一个接口相