

ICS 13.310
A 92



中华人民共和国国家标准

GB/T 19267.3—2008
代替 GB/T 19267.3—2003

GB/T 19267.3—2008

刑事技术微量物证的理化检验 第3部分：分子荧光光谱法

Physical and chemical examination of trace evidence in forensic sciences—
Part 3: Molecular fluorospectrometry

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3部分：分子荧光光谱法
GB/T 19267.3—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12月第一版 2008年12月第一次印刷

*

书号：155066·1-34850 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 19267.3—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

7.2.2 比对分析

测定试样的荧光光谱,获得谱图上每个峰的峰位、峰数、形状以及各峰之间的相对强度,并与比对样品的谱图作比较,以确定试样和比对样品的成分是否相同。如果是单峰的话,试样和比对样品需在相同的浓度条件下进行比较。

7.2.3 定量分析

7.2.3.1 标准对照法

用于单组分测定。在相同条件下配制比对样品和试样的溶液(两者的浓度要尽量接近),分别测定其荧光强度。用下式计算试样中分析物的浓度:

$$C_{\text{试样}} = \frac{C_{\text{比对}} \times I_{\text{试样}}}{I_{\text{比对}}}$$

式中:

$C_{\text{试样}}$ ——试样中分析物浓度;

$I_{\text{比对}}$ ——比对样品的荧光强度;

$I_{\text{试样}}$ ——试样的荧光强度;

$C_{\text{比对}}$ ——比对样品中分析物浓度。

7.2.3.2 标准曲线法和回归直线法

配制一系列浓度不同的标准溶液,在相同实验条件下测定其荧光强度,然后以标准溶液的浓度为横坐标,相应的荧光强度为纵坐标,绘制标准曲线。在符合 Beer 定律时该标准曲线为一直线。

在标准曲线的条件下测出试样溶液的荧光强度,从标准曲线上查出试样溶液的浓度,此即标准曲线法。

由直线的回归方程计算出试样溶液的浓度,此即回归直线法。直线的回归方程为:

$$I = bC + a$$

式中:

I ——某波长下的荧光强度;

C ——分析物浓度;

a ——直线截距;

b ——直线斜率。

7.2.3.3 导数光谱法

在常规荧光光谱法中,一定条件下荧光强度与分析物的浓度成正比。在导数荧光光谱法中,一定条件下荧光强度对波长(λ)的导数值也与分析物的浓度成正比:

$$\frac{d^n I}{d\lambda^n} \propto C$$

以导数 $d^n I/d\lambda^n$ 对浓度 C 作图,在符合 Beer 定律时可获得一直线。利用前述的标准对照法、标准曲线法或回归直线法均可求得试样溶液的浓度。

8 结果表述

比对分析时,将在相同实验条件下测得的试样与比对样品的荧光谱图(或标准谱图)进行比较,给出试样与比对样品成分是否相同的结论。定量分析时,给出待测组分的含量范围。

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 3 部分。

本部分代替 GB/T 19267.3—2003《刑事技术微量物证的理化检验 第 3 部分:分子荧光光谱法》。

本部分与 GB/T 19267.3—2003 相比主要变化有:

- 增删了术语和定义的内容(本部分的 3.2~3.5、3.10,GB/T 19267.3—2003 的 3.2);
- 修改了关于仪器的内容(本部分的 5.2.1~5.3.3);
- 增加了实例的内容(本部分的 6.3.3)。

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:中国刑事警察学院。

本部分主要起草人:张振宇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 19267.3—2003。

5.3.1.2 激发单色器波长校正

把汞灯放在激发光源的位置,将发射单色器的波长调至零,在样品室中放一块漫散射板或高散射的溶液,根据表1中13条主要谱线校正激发单色器波长。

5.3.1.3 波长校正的精度

应在紫外和可见光区分别选择波长进行校正。13条汞线可以全选,也可以选几条甚至一条,选择的波长点越多,则在整个工作范围内的波长精度越高。实际检测中经常采用加校正值的方法,即在误差不大的情况下,将表1中13条汞线的真值与实测值之差作为修正波长的校正值。

5.3.2 发射光谱和激发光谱的校正

5.3.2.1 光量子计-微机校正法

把罗丹明B乙醇溶液(3 g/L)的石英三角柱池光量子计放入样品室,在发射单色器的入口处插入一红色滤光片以滤去杂散光,保证仅让630 nm(罗丹明B的最大激发波长 $\lambda_{ex,max}$)荧光通过,把单色器的发射波长设置在630 nm,扫描激发单色器,检测到的信号存入微机并进行归一化处理。经微机处理后的输出信号,即激发光强度与波长的关系,应为恒定值。此时绘制的激发光谱即为经过样品校正的激发光谱。

5.3.2.2 微机-散射光法

把散射光板插入样品室,在波长差为零的条件下测同步扫描荧光强度。在无波长误差的情况下,激发光谱和发射光谱应完全重合。若存在发射单色器的波长差,利用微机使之校正到一致,并作归一化处理,输出信号应为恒定值。

5.3.3 灵敏度校正

常用来进行灵敏度校正的标准荧光物质有: 1×10^{-2} mol/L $\sim 1 \times 10^{-4}$ mol/L 酚-甲醇、 1×10^{-2} mol/L $\sim 1 \times 10^{-4}$ mol/L 吡啶-乙醇、0.1 mol/L ~ 0.3 mol/L 喹啉-硫酸(0.05 mol/L)、荧光素-水(或乙醇)、2-氨基吡啶-硫酸等。 1×10^{-5} mol/L 的2-氨基吡啶-硫酸溶液(0.05 mol/L)常作为300 nm ~ 400 nm范围的标准溶液,有关数据见表2。

表2 10^{-5} mol/L 的2-氨基吡啶-硫酸溶液的荧光波长及相对强度

λ/nm	$I\%$	λ/nm	$I\%$	λ/nm	$I\%$
320	2.5	368	100.0	410	37.0
330	9.5	370	99.5	420	26.5
340	33.0	380	91.8	430	17.5
350	66.5	390	26.0	440	10.8
360	94.0	400	53.5	450	7.5

5.4 性能指标

5.4.1 波长准确度

仪器显示的波长与激发单色器和发射单色器的实际波长的差值不应大于2.0 nm。

5.4.2 光度重现性

相同条件下重复测得的荧光强度的变动性不应大于2.5%。

5.4.3 信噪比

蒸馏水的拉曼峰强度值S与噪音N的关系S/N应大于等于25。

6 样品制备

6.1 试样

测定试样的荧光光谱须在透明溶液中进行,应选择合适的溶剂将试样溶解为浓度适宜的溶液。选择溶剂的原则有以下几点:

刑事技术微量物证的理化检验 第3部分:分子荧光光谱法

1 范围

GB/T 19267的本部分规定了分子荧光光谱法的检验方法。

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 13966 分析仪器术语

GB/T 19267.2—2008 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

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

荧光 fluorescence

分子(也可以是原子或离子)吸收能量跃迁至某电子激发单重态,后又回到总自旋量子数不变的基态时所发出的电磁辐射。

3.2

荧光激发光谱 fluorescence excitation spectrum

在固定发射波长条件下,荧光强度随激发波长变化的曲线。

3.3

荧光发射光谱 fluorescence emission spectrum

在固定激发波长条件下,荧光强度随发射波长变化的曲线。通常意义上的荧光光谱即指荧光发射光谱。

3.4

激发波长 excitation wavelength

激发样品使其产生荧光的入射光波长,用 λ_{ex} 表示。

3.5

发射波长 emission wavelength

物质所发射的荧光的波长,同时也是检测样品荧光时所采用的测定波长,用 λ_{em} 表示。

3.6

斯托克斯位移 stockes shift

物质的发射波长与激发波长的差值(物质的发射波长总是大于激发波长)。

3.7

荧光光谱法 fluorospectrometry