

# 同时裂解甲基化气相色谱法在油漆种类鉴别中的应用

张喜轩<sup>1</sup>, 丁军凯<sup>2</sup>, 宋 鸣<sup>2</sup>, 闫福宁<sup>2</sup>, 喻晓光<sup>2</sup>

(1. 中国医科大学基础医学院, 辽宁 沈阳 110001; 2. 辽宁省公安厅刑事侦察科学研究所, 辽宁 沈阳 110032)

关键词: 同时裂解甲基化气相色谱法(simultaneous pyrolysis methylation gas chromatography); 裂解气相色谱法(pyrolysis gas chromatography); 油漆鉴别(paint identification); 四甲基氢氧化铵(tetramethylammonium hydroxide)

中图分类号: O658 文献标识码: B 文章编号: 1000-8713(2005)04-0436-01

在刑事侦察技术领域,对油漆等微量物证的快速、微量分析非常重要。油漆中的成分通常含有羧基、羟基、氨基等极性基团,用裂解气相色谱法(Py-GC)分析,其裂解产物的色谱峰数较少,特征性较差。同时裂解甲基化气相色谱法(SPM-GC)可用于分析鉴别含有羧基、羟基、氨基等强极性基团的大分子或聚合物<sup>[1,2]</sup>。在以前的研究中,已经将SPM-GC应用于油脂和胶粘剂等物质的鉴别分析,取得了较好的结果<sup>[3,4]</sup>。本实验主要用SPM-GC对微量物证分析中常遇到的部分品牌油漆进行了鉴别分析。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂与样品

25%的四甲基氢氧化铵水溶液(TMAH)(分析纯,上海试剂一厂);醇酸清漆(C01-1,太原油漆厂);氨基烘干磁漆(A04-1,上海振华造漆厂);氨基烘干静电清漆(A01-12,广州制漆厂);硝基外用清漆(Q01-1,西北油漆厂);灰聚氨酯桥板磁漆(S04-2,上海造漆厂)。

### 1.2 样品处理

将油漆片切至适当尺寸置于石英裂解样品管内,取TMAH 0.2~0.5 μL滴加于样品管中,待油漆充分浸润后,将样品管放入裂解器内进行裂解甲基化气相色谱分析。

### 1.3 裂解甲基化气相色谱条件

岛津GC-14A气相色谱仪,FFPA极性毛细管柱(30 m × 0.25 mm i. d.,大连化学物理研究所科分公司),氢火焰离子化检测器,LJ-01热丝型裂解器(北京分析仪器厂)。柱温程序升温:初温45℃,以12℃/min的升温速率升至220℃;进样口温度220℃;检测器温度230℃;裂解温度770℃;裂解池保温200℃;裂解时间10 s。

## 2 结果与讨论

在SPM-GC分析中,不同类油漆的色谱峰数和所含成分明显不同,油漆种类较易鉴别。SPM-GC比Py-GC可获得更多的色谱峰(见表1),有利于不同品种油漆的区别。若利用同一根色谱柱,在相同的分析条件下,同时进行Py-GC和SPM-GC两种不同裂解方式的对比鉴别分析,可使分析结果的准确性提高。

表1 5种油漆的Py-GC和SPM-GC的测定结果

油漆名称	Py-GC		SPM-GC	
	<i>t<sub>R</sub></i> /min	组分	<i>t<sub>R</sub></i> /min	组分
C01-1 醇酸清漆	1.91	醛类	10.38	苯甲酸甲酯
			15.36	壬二酸二甲酯
			16.07	软脂酸甲酯
			17.59	邻苯二甲酸二甲酯
A04-1 氨基烘干磁漆	1.86	氨基化合物	4.44	3,3-二甲基环丁酮
			10.38	苯甲酸甲酯
			16.07	软脂酸甲酯
A01-12 氨基烘干静电清漆	1.86	氨基化合物	4.44	邻苯二甲酸二甲酯
			10.21	3,3-二甲基环丁酮
			16.07	苯腈
Q01-1 硝基外用清漆	25.62	邻苯二甲酸二丁酯	17.59	软脂酸甲酯
			10.38	邻苯二甲酸二甲酯
			17.59	苯甲酸甲酯
S04-2 灰聚氨酯桥板磁漆	5.06	庚醛	25.62	邻苯二甲酸二甲酯
			5.06	邻苯二甲酸二丁酯
			17.59	庚醛
	20.03	壬二酸二异丁酯	20.03	壬二酸二异丁酯

由于SPM增大了裂解组分的挥发性,易于进行气相色谱分析,故可提高检测灵敏度。以氨基烘干磁漆为样本进行SPM-GC最低检出限测试,其最低检出限可达3 μg,而各种油漆的Py-GC最低检出限通常为15~100 μg。

以上结果表明,SPM-GC比Py-GC能获得更多的鉴别信息,并具有快速、灵敏等优点,能满足刑事侦察中对微量油漆类样品的快速鉴别的需要。

## 参考文献:

- [1] Challinor J M. J Anal Appl Pyrolysis, 1991, 18: 233
- [2] Dworzanski J P, Berwald L, Meuzelaar H L C. Appl Environ Microbiol, 1990, 56(6): 1717
- [3] 丁军凯, 闫福宁, 喻晓光, 宋 鸣, 邹天治, 范垂昌, 孙中笑. 中国法医学杂志, 1998, 13: 227
- [4] 李柏林, 丁军凯, 闫福宁, 范垂昌. 色谱, 2000, 18(4): 364