



中华人民共和国国家标准

GB/T 19267.8—2008
代替 GB/T 19267.8—2003

刑事技术微量物证的理化检验 第 8 部分：显微分光光度法

Physical and chemical examination of trace evidence in forensic sciences—
Part 8: Microspectrophotometry

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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 8 部分。

本部分代替 GB/T 19267.8—2003《刑事技术微量物证的理化检验 第 8 部分：显微分光光度法》。

本部分与 GB/T 19267.8—2003 相比主要变化有：

- 增加了部分术语和定义(本部分的 3.11)；
- 删除了部分术语和定义(GB/T 19267.8—2003 的 3.9、3.15~3.18、3.21、3.22)；
- 对仪器的组成和测量范围进行了修订(本部分的 5.2、5.3.1；GB/T 19267.8—2003 的 5.2)；
- 对样品的制备和处理进行了修改(本部分和 GB/T 19267.8—2003 的第 6 章)；
- 对检测过程中仪器的工作条件、检测前的仪器调试进行了部分补充(本部分的 7.1、7.2)。

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：北京市公安局刑事科学技术研究所。

本部分主要起草人：刘明辉、魏垂策。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 19267.8—2003。

刑事技术微量物证的理化检验

第8部分:显微分光光度法

1 范围

GB/T 19267 的本部分规定了显微分光光度的检验方法。

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 5698 颜色术语

GA/T 242 微量物证的理化检验术语

3 术语和定义

GB/T 5698、GA/T 242 中确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

显微分光光度法 microspectrophotometry

用显微分光光度仪测定微小物质在特定光源照射下对光源辐射能量产生的吸收、反射、透射、荧光的量与照明光源的波长之间的关系,进而确定在特定波长范围内微小物质自身的吸收、反射、透射、荧光光谱特性(即光谱图),以此对微小物质的组成成分或物理结构进行定性、定量或比对分析的方法。

3.2

显微分光光度计 microspectrophotometer

一种将显微镜与分光光度计结合起来的仪器,它可以将微小物质的观察、测量区域进行光学放大,并对这一区域的各种光学特性如吸收、反射、透射、荧光光谱特性进行测定。

3.3

吸收光谱 absorptive spectrum

物质对入射光的能量进行选择吸收,吸收的量值与入射光波长之间的关系图称为吸收光谱。

3.4

透射光谱 transmissive spectrum

入射光照射物体后,通过该物体的入射光的量值与入射光波长之间的关系图称为透射光谱。

3.5

反射光谱 reflective spectrum

入射光照射物体后,被该物体反射回来的入射光的量值与入射光波长之间的关系图称为反射光谱。

3.6

颜色 colour

光作用于人的眼睛而引起的除形象特征以外的视觉特性,它包括:

- a) 观察者可用以区分大小、形状和结构相同的两个视场之间的差异的视觉现象或可见辐射的特性;

- b) 产生以上感觉的光刺激特性;
- c) 能引起光刺激的物体的特性。

3.7

光源色 light source colour

由光源发射的光的颜色。

3.8

物体色 object colour

光被物体反射或者透射后的颜色。

3.9

色刺激值 psychophysical colour specification

用三刺激值表示色刺激性质的量。

3.10

三刺激值 tristimulus values

在三色系统中,与被测色刺激达到色匹配所需的三种参照色刺激的量。

3.11

色匹配 colour matching

使调配的一种颜色与给定的颜色在视觉上相等或相同。

3.12

CIE 1931 标准色度系统 standard colorimetric system

CIE(国际照明委员会)1931年所规定的光谱三刺激值为 $x(\lambda)$ 、 $y(\lambda)$ 、 $z(\lambda)$ 表示的色度系统。

3.13

CIE 1976 L* a* b* 色空间(CIE Lab 色空间) CIE 1976 L* a* b* colour space

CIE(国际照明委员会)1976年推荐使用的均匀色空间,该空间为三维直角坐标系统。

3.14

色差 colour difference

颜色视觉差异的定量表示,用 ΔE 表示。

3.15

光谱光度测色法 spectrophotometric colorimetry

通过测定被测光的相对光谱分布,或者被测物体的光谱反射比或光谱透射比进而计算出被测光或被测物体的三刺激值和色度坐标的方法,又称为分光光度测色法。

3.16

同色异谱 metamerism

具有同样颜色而光谱分布不同的两个色刺激。

4 原理

来自光源的入射光经过由被测样品成分或结构所决定的选择吸收、反射、透射,或者由入射光激发被测样品产生荧光后,入射光的反射光、透射光或被测样品被激发出来的荧光进入分光光度计的入射光路,经过色散光栅或者色散棱镜将它们按照波长色散、分开,而后沿测试光路进入分光光度计的检测器,检测器对入射光的信号强度依照对应的波长分别进行记录,这样就可以得到被测样品对所用照明光源的特定的吸收、反射、透射或者荧光强度与波长的相互对应关系,经过计算机处理软件的计算处理之后,就可以得到被测样品的吸收、反射、透射或者荧光光谱。来自光源的入射光经被测样品产生的反射光、透射光或被测样品被激发出来的荧光若由专门的显微镜聚焦、采集(光束直径从 μm 至 mm),就构成了显微分光光度计。

显微分光光度法可以无损地测定微量物证的多种光学特性,进而实现对被测样品的定性、定量或者比对分析。

5 仪器

5.1 仪器名称

显微分光光度计。

5.2 仪器组成

5.2.1 光源

一般使用三个光源,主要有:卤素灯、超高压汞灯、高压氙灯,最多使用四个光源。

5.2.2 显微镜

包括显微镜主架、聚光镜、物镜、目镜、样品载物台、光路中的快门和分光棱镜与滤片、照明光阑、测量光阑以及调焦系统等。

5.2.3 色散分光系统(单色器)

有机械式棱镜色散单色器和全息凹面光栅单色器两种。目前普遍采用的是全息凹面光栅单色器。

5.2.4 检测器

主要有光电倍增管、PbS 光电接收器、CCD 阵列式检测器等几种检测器。目前普遍采用的是 CCD 阵列式检测器,高端产品则采用高分辨、电制冷的 CCD 阵列式检测器。

5.2.5 计算机系统

计算机系统的功能包括仪器控制和数据的采集、处理两大部分。通过仪器控制软件实现对仪器各种测试方式的控制和运行;通过数据采集与处理软件进行测试数据的处理、光谱图的比对与分析、颜色色度数据的计算等。

5.2.6 数据输出系统

数据输出系统主要包括:视频图像输出系统、照相与图像采集输出系统、打印机等。

5.3 仪器的主要技术指标

5.3.1 光谱测量范围

不同厂家、不同型号或配置的仪器,光谱测量范围有所不同,但均可在可见光范围 380 nm~780 nm 内进行测量。

高端产品可以实现在紫外/可见光/近红外乃至中红外光谱范围内进行测量,如 240 nm~1 000 nm。

5.3.2 分辨率

可见光范围内的光谱分辨率为 0.8 nm~5 nm(不同型号的仪器的光谱分辨率不同)。

5.3.3 波长精度

波长精度应在 ± 0.5 nm 范围内。

6 样品的处理与制备

6.1 油漆、涂料样品

6.1.1 样品是片状油漆涂料,且只要求对表层进行检测时,应在立体显微镜下将样品移至载玻片上,样品表层向上,尽量平行于载玻片。

6.1.2 样品是多层油漆涂料碎片,且要求逐层进行检测时,应在立体显微镜下用手术刀片将样品切削成楔形,使样品中的每一层油漆暴露出来,而后在立体显微镜下将制备好的样品移至载玻片上,暴露出来的多层油漆截面向上,尽量平行于载玻片;或在立体显微镜下用分离针、手术刀等分离提取工具将每一层的油漆涂料颗粒净化分离提取出来,而后将分离提取出来的油漆颗粒移至载玻片上,用专用工具压平待测。

6.1.3 样品是附着的油漆颗粒时,应在立体显微镜下用分离针、手术刀等分离提取工具将附着的油漆颗粒从承载客体上净化分离提取出来,而后将分离提取出来的油漆颗粒移至载玻片上,用专用工具压平待测。

6.2 笔迹油墨、印章印油、印刷打印油墨等书写材料样品

此类样品的检测对象是纸张上的有色油墨物质。无需对它们进行处理,可以直接将承载待测有色油墨物质的纸张放置于载物台上。应注意纸张上的待测有色油墨物质部分不要被污染,并确保其纸张背面不能粘贴有其他纸张。

6.3 纤维样品

将有色或无色纤维样品用纯净水超声震荡清洗后自然风干(如需要时),而后将其在立体显微镜下尽量打散分离呈单丝纤维状态,然后将其移至专用载玻片上(如进行反射测试,则应移至专用载物台上),不放浸液,直接用专用盖玻片压盖在待测纤维上。

6.4 其他

应根据不同样品和不同检测方式作不同的处理,但是都应以不破坏或损耗检材样品为原则。

7 检测

7.1 仪器工作条件

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。

7.2 仪器调试

按照选择的检测方式的要求选择适当的照明光源,调节光路:按照“Kohler”照明系统的要求调节照明光路;根据检测样品情况选择、调节“照明光阑”、“测量光阑”、“视场光阑”,使之达到仪器操作说明书所要求的光强范围。确定检测方式并设置相应的各种测试参数。

7.3 仪器光路中杂散光及样品背底的扣除、校正

7.3.1 “吸收”方式的扣除、校正

选择样品的空白处作为“零”吸收进行扣除、校正。

7.3.2 “透射”方式的扣除、校正

选择样品的空白处作为 100% 的透射率进行扣除、校正。

7.3.3 “反射”方式的扣除、校正

选择标准反射板进行反射率扣除、校正。

7.3.4 “荧光”方式的扣除、校正

按照仪器操作说明书进行。一般分为两个步骤:首先对仪器光路中杂散光进行扣除、校正,然后再在样品的空白处进行零点校正。

7.4 检测分析

7.4.1 将制备好的待测样品移至显微镜的样品载物台上,通过显微镜的目镜(或监视器)对待测样品上的检测区域进行聚焦、成像,同时调节移动载物台位置,使得待测样品上的检测区域恰好处于测量光阑在目镜视场中形成的光斑范围内。聚焦、位置调节完成以后,就可以启动相关的仪器设备控制程序,开始进行相关光谱特性的检测。

7.4.2 测量样品的各种光谱(透射、吸收、反射、荧光等)。

7.4.3 测量样品在某些特定波长下的吸收或反射特性,一般采用的波长有 NU(365 nm)、NV(405 nm)、NBV(436 nm)、NG(546 nm)。

7.4.4 获取样品的颜色参数。不同型号的仪器都可以按照 CIE1931 和 CIE1976 两个色系给出表示物体颜色的多种参数值,其主要参数有物体颜色的三刺激值 X 、 Y 、 Z 和色度坐标 x 、 y 、 z 以及 L^* 、 a^* 、 b^* ; L 、 C 、 H 、 ΔE 等,这些颜色的参数由 7.4.2 中的有关光谱通过电脑的颜色软件可以直接得出。

8 结果表述

8.1 光谱测量

对样品选取 5 个~10 个位置进行测量,给出需要波段范围内的光谱,取平均后,得出样品的光谱图。

8.2 颜色参数的测量

电脑里的测色软件可以给出国际 CIE 组织规定的色度参数,主要有三刺激值(X 、 Y 、 Z)、色度坐标(x 、 y 、 z)以及色度坐标(L^* 、 a^* 、 b^*)及 CIELab 色差 ΔE_{ab}^* 等。

8.3 结论

8.3.1 若待测检材的光谱与对照检材的光谱不同,可以给出明确的结论待测检材与对照检材成分不同。

8.3.2 若待测检材的光谱与对照检材的光谱重合或平行时,可以认为待测检材的光谱与对照检材成分接近,但是不能得出种类相同的结论。

8.3.3 颜色测量的结论比较复杂,对不同种类的被检物,如果所用的色差公式相同,可以进行颜色的比对,但只能作为参考。
