

ICS 13.310

CCS A92

SF

中华人民共和国司法行政行业标准

SF/T 0108—2021

油漆检验 裂解-气相色谱/质谱法

Forensic examination of paint evidence—Pyrolysis-gas chromatography / mass spectrometry

2021 - 11 - 17 发布

2021 - 11 - 17 实施

中华人民共和国司法部 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 仪器和材料	1
6 检验步骤	1
7 结果评价	2
8 注意事项	2

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由司法鉴定科学研究院提出。

本文件由司法部信息中心归口。

本文件起草单位：司法鉴定科学研究院、上海市公安局物证鉴定中心。

本文件主要起草人：孙其然、罗仪文、张清华、王雅晨、吕小宝、施少培、卞新伟、奚建华、孙维龙、杨旭。

油漆检验 裂解-气相色谱/质谱法

1 范围

本文件描述了微量物证鉴定中裂解-气相色谱/质谱法检验油漆的原理、仪器和材料、检验步骤、结果评价及注意事项。

本文件适用于司法鉴定领域中应用裂解-气相色谱/质谱法对油漆进行比对检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 19267.7 刑事技术微量物证的理化检验 第7部分：气相色谱-质谱法

GA/T 242 法庭科学微量物证的理化检验术语

SF/T 0118 油漆物证鉴定规范

SF/Z JD0203006 微量物证鉴定通用规范

3 术语和定义

GB/T 19267.7、GA/T 242、SF/T 0118、SF/Z JD0203006界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

在惰性气体环境中，油漆主要成膜物质中的高分子树脂（如氨基树脂、丙烯酸树脂、醇酸树脂、酚醛树脂、环氧树脂、聚氨酯、聚酯和天然树脂等）及其他有机化合物经瞬间高温裂解，生成与物质分子结构相关的特征性裂解产物，经气相色谱分离和质谱定性检测，获得油漆漆膜的结构单体及其他有机化合物的成分信息，可用于油漆的比对检验。

5 仪器和材料

检验所需的仪器和材料包括但不限于：

- a) 管炉型裂解器或居里点型裂解器、热丝型裂解器；
- b) 裂解样品舟；
- c) 气相色谱/质谱联用仪：配有电子轰击源（EI）；
- d) 氦气：纯度 $\geq 99.999\%$ ；
- e) 体视显微镜；
- f) 手术刀和镊子；
- g) 电子天平：分度值 0.01mg；
- h) 无水乙醇和脱脂棉球。

6 检验步骤

6.1 样品制备

6.1.1 在体视显微镜下观察检材油漆和样本油漆的结构层次及颜色等特征。

6.1.2 样品提取要求如下：

- a) 使用干净的手术刀和镊子分别提取检材油漆和样本油漆，转移至不同的裂解样品舟中；

- b) 如检材油漆和样本油漆为多层漆片，使用手术刀逐层分离后，分别提取相对应的检材漆层和样本漆层待检测；如检材油漆为附着物，提取时避免带入载体等干扰物质；
- c) 每一样品的取样量宜在 50 μ g~100 μ g 范围内，检材油漆与样本油漆的取样量应相近；
- d) 每一检材油漆和样本油漆宜平行制样两份，以验证结果的重现性。

6.2 检测

6.2.1 每个样品检测前先进行空白实验，以排除残留污染。

6.2.2 将制备好的检材油漆和样本油漆依次进样分析。

6.2.3 参考检测条件如下：

- a) 裂解温度：550 $^{\circ}$ C，裂解时间：5s（或根据具体仪器类型设置，裂解温度范围宜选择为 500 $^{\circ}$ C~600 $^{\circ}$ C，裂解时间为 3s~15s），裂解气氛：氦气，纯度 \geq 99.999%；
- b) 进样口温度：220 $^{\circ}$ C；
- c) 分流比：20:1（或根据仪器具体状态设置）；
- d) 载气：氦气，纯度 \geq 99.999%，流速 1.0mL/min；
- e) 色谱柱：使用 HP-5MS 毛细管色谱柱（30m \times 0.25mm，0.25 μ m）或同类型的色谱柱；
- f) 柱温：初始温度 40 $^{\circ}$ C，保持 1min，以 8 $^{\circ}$ C/min 升至 300 $^{\circ}$ C，保持 1min；
- g) 传输线温度：240 $^{\circ}$ C；
- h) 离子源：电子轰击源（EI）；
- i) 离子源温度：230 $^{\circ}$ C；
- j) 四级杆温度：150 $^{\circ}$ C；
- k) 检测方式：全扫描，扫描范围 m/z35~m/z450。

7 结果评价

7.1 当总离子流色谱图上检材油漆与样本油漆的主要裂解产物（峰高 \geq 基峰峰高的 5%）相同，且相对百分含量相近时，检验结果为：检材油漆与样本油漆的主要裂解产物一致。

7.2 当总离子流色谱图上检材油漆与样本油漆的主要裂解产物（峰高 \geq 基峰峰高的 5%）不同时，检验结果为：检材油漆与样本油漆的主要裂解产物不同。

7.3 当总离子流色谱图上检材油漆与样本油漆的主要裂解产物（峰高 \geq 基峰峰高的 5%）相同，但裂解产物的相对百分含量有明显差异时，检验结果为：检材油漆与样本油漆的主要裂解产物相同，但相对百分含量不同。

8 注意事项

8.1 本文件使用的方法属于有损检验方法，应在其他无损检验方法完成后，或检材油漆与样本油漆的样品量足够的情况下应用。

8.2 样品之间应防止交叉污染：手术刀用蘸有无水乙醇的脱脂棉球擦拭干净；重复使用的裂解样品舟应经过 800 $^{\circ}$ C 以上高温灼烧（可用马弗炉、液化气喷枪等）。

8.3 样品检测前应先测试质控样（如聚苯乙烯），以确认仪器为正常状态。