ICS 13.310
A 92

GA

中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T XXXX-XXXX

法庭科学 纸张元素成分检验 波长色散X射线荧光光谱法

Forensic sciences—Examination methods for paper elements —Wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry

（报批稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国公安部 发布

前　言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由全国刑事技术标准化技术委员会理化检验分技术委员会（SAC/TC 179/SC 4）提出并归口。

本标准起草单位：上海市公安局物证鉴定中心、公安部物证鉴定中心。

本标准主要起草人：丁敏菊、沈雯怡、龚幼兰、郭洪玲。

法庭科学 纸张元素成分检验 波长色散X射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了法庭科学领域波长色散X射线荧光光谱检验纸张元素成分的方法。

本标准适用于法庭科学领域纸张物证的元素成分分析和比对检验，其他领域亦可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GA/T 242　微量物证的理化检验术语

3 术语和定义

GA/T 242界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

当试样受到强烈的X射线辐照时，其中各组分元素的原子受到激发而产生次级的特征X射线，即为X射线荧光。不同元素具有不同波长的特征X射线谱线，而各谱线的强度又与元素的浓度呈一定的关系，测定待测元素特征X射线谱线的波长和强度就可进行定性和定量分析。

造纸过程中会添加一些填料、颜料等来增加纸张的性能，由于所用纤维原料、填料、胶料以及工艺条件等因素不同，不同纸张中的元素成分及含量有所不同。使用波长色散X射线荧光光谱仪可对纸张样品中的元素进行分析，从而实现对纸张元素成分的检验和比对。

5 试剂和材料

氩甲烷气体（高纯）。

6 仪器和设备

所需的仪器和设备如下：

a) 波长色散X射线荧光光谱仪（带有不同直径的样品盒面罩、中空样品杯）；
b) 立体光学显微镜；
c) 研钵；
d) 压片机；
e) 剪刀。

7 样品制备

7.1 取表面平整的纸张样品，剪取直径大于1mm、小于40mm的圆片（圆片大小依据样品情况而定）。将剪好的纸张圆片装入样品盒，供仪器检测。
7.2 对于细碎的纸张样品，应将样品研磨后压片，供仪器检测。

8 仪器检测

8.1 检测条件

元素扫描范围：选择 ^{9}F～^{92}U 全元素扫描或指定元素的扫描。纸张样品中常见元素的分析参考条件参见附录 A。

8.2 检测方法

8.2.1 使用前检查仪器状态，确保仪器各性能指标能够正常工作。
8.2.2 调节氩甲烷气体流量，开启X射线，稳定半小时。
8.2.3 做脉冲高度分析器（PHA）调节，确保正比流量计数探测器（PC）和闪烁计数探测器（SC）的分辨率在可正常工作范围内。
8.2.4 真空状态下，采用半定量或定量分析软件程序进行分析。
8.2.5 若样品量允许，应至少独立制样三次，进行平行试验，确保微量元素检验的准确性。

9 结果分析评价

9.1 元素成分分析

根据对X射线荧光光谱图分析，确定样品的元素成分。以主要成分纤维素（$C_6H_{10}O_5$）为平衡组份计算各元素的相对百分含量。

9.2 元素成分比对

9.2.1 若检材与比对样品均检出 X_1、X_2、X_3……元素，且两者各元素相对百分含量平均值相近，则判定为检材与比对样品检出的元素成分相同，且两者各元素相对百分含量相近。
9.2.2 若检材与比对样品均检出 X_1、X_2、X_3……元素，但检出的元素 X_1、X_2……相对百分含量平均值有明显差异，则判定为检材与比对样品检出的元素成分相同，X_1、X_2……元素相对百分含量有显著差异。
9.2.3 若检材检出 X_1、X_2、X_3……元素,比对样品检出 Y_1、Y_2、Y_3……元素，则判定为检材与比对样品检出的元素成分不同。

10 注意事项

10.1 选择纸张无污染、平整、在立体光学显微镜下无墨迹部位进行检测，避免杂质干扰。
10.2 由于纸张属于薄膜样品，分析时，应使用中空样品杯。

附 录 A

（资料性附录）

纸张样品中常见元素的分析参考条件

纸张样品中常见元素的分析参考条件见表 A.1。

表 A.1　纸张样品中常见元素的分析参考条件

分析元素谱线	kV-mA	谱峰	分析晶体	探测器
Na-Kα	30-120	55.120°	TAP	PC
Mg-Kα	30-120	45.190°	TAP	PC
Al-Kα	30-120	144.610°	PET	PC
Si-Kα	30-120	109.045°	PET	PC
P-Kα	30-120	141.190°	Ge	PC
S-Kα	30-120	110.820°	Ge	PC
Cl-Kα	30-120	92.875°	Ge	PC
K-Kα	40-90	136.675°	LiF1	PC
Ca-Kα	40-90	113.125°	LiF1	PC
Ti-Kα	50-72	86.110°	LiF1	SC
Mn-Kα	50-72	62.950°	LiF1	SC