

GCMS 法检测法庭科学领域中重质矿物油

GCMS-478

摘要：本文参考 GA/T 1941-2021 《法庭科学重质矿物油检验 气相色谱 - 质谱法》标准相关要求，利用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了法庭科学中重质矿物油的测定方法。检材及样品用正己烷溶解稀释后，经 GCMS 检测，以保留时间、质谱特征离子和丰度比作为定性判断依据，通过对峰范围、形状分布和组分差异进行综合对比，以判断检材与样品中是否含有重质矿物油的结果评价。

关键词：气相色谱质谱联用仪 法庭科学 重质矿物油

重质矿物油是案发现场常见的微量物证之一，快速准确的区分重质矿物油种类可以为案件侦破提供方向，缩小侦查范围。

重质矿物油指沸点大于 350°C、主要成分为烃类及杂原子化合物的石油产品或煤和页岩液化的产物。通常含有 C15 ~ C40 或者分子量更高的直链烷烃、支链烷烃、烷基环基烷类化合物，以及甾烷、萜烷类生物标志特征组分。由于其外观均为黑褐色粘稠状，很难直观判断现场获得重质矿物油的种类，故而需要

借助实验室分析手段进行高精度又快速的检验鉴别。

本文利用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了法庭科学中重质矿物油的检测方法。对 1 份检材与 1 份样本中的重质矿物油进行了分析，依据 GA/T 1941-2021 《法庭科学重质矿物油检验 气相色谱 - 质谱法》相关比对要求如峰范围、形状分布和组分差异进行分析和比对，对检材和样本中是否含有重质矿物油给出了对应结果评价。本方法适用于法庭科学领域重质矿物油的定性分析和有机成分的比对检验。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：SH Rxi-5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：120°C (2 min) _10°C /min_ 300°C (20 min)

进样口温度：280°C

流速控制方式：恒线速度方式

线速度：37.5 cm/s

进样方式：分流进样

分流比：15:1

进样量：1 μL

离子化方式：EI

离子源温度：250°C

色谱质谱接口温度：280°C

采集方式：Scan

扫描范围：35~500 amu

■ 样品及前处理

检材重质矿物油一份与样品重质矿物油一份，如图 1 所示。



图 1 检材重质矿物油及样品重质矿物油

分别准确称取待测检材及样品 0.20 mg，加入 1 mL 正己烷溶解，注入 GCMS 分析。

■ 结果与讨论

3.1 色谱图分析

按照 1.2 所列的仪器分析条件对检材及样品进行测试得到的两样品的色谱图如下。

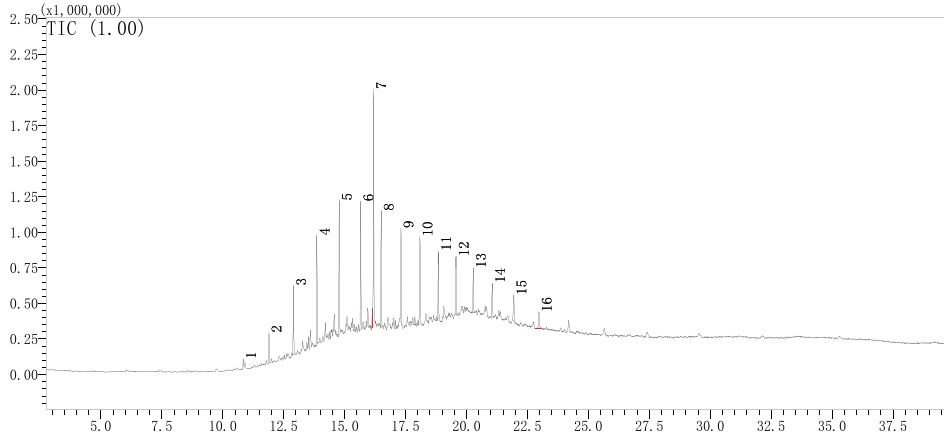


图 2 检材重质矿物油色谱图

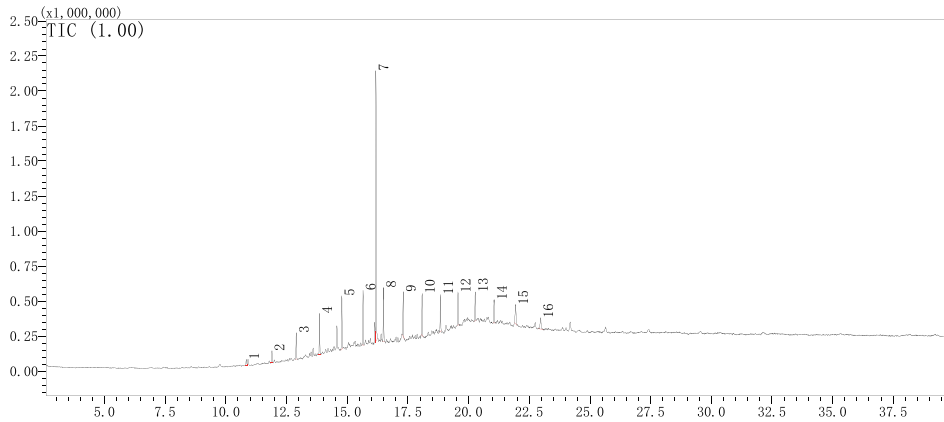


图 3 样品重质矿物油色谱图

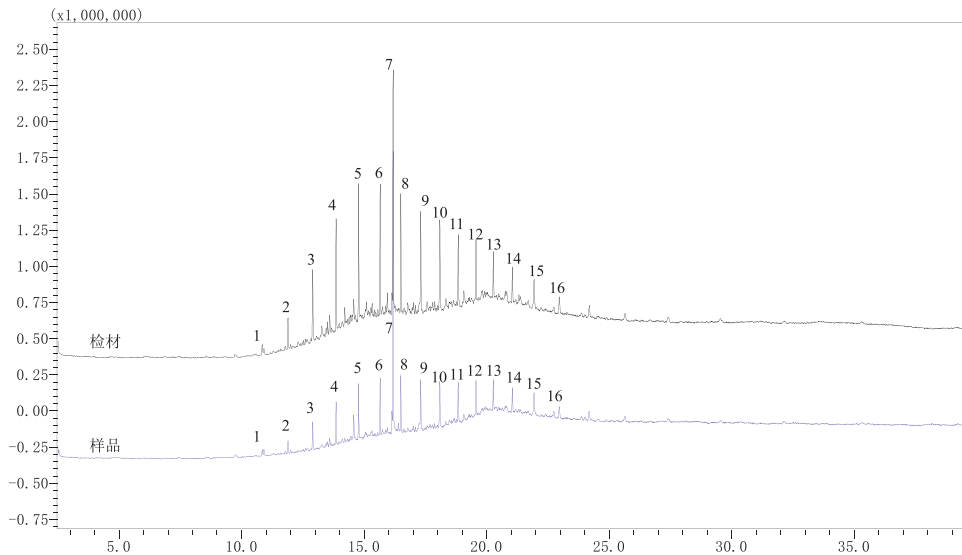


图 4 检材重质矿物油及样品重质矿物油叠加色谱图

从检材与样品叠加的色谱图来看，检材与对比样品总离子流色谱图形状分布和起峰、落峰、最高点位置基本相同。其中 2 个 TIC 图的鼓包峰均不是特别明显，但是形状相似，且两者的起峰时间均为 10.5 min 左右，落峰均为 25.0 min 左右，最高点也均在 7 号物质出峰时间 16.2 min 左右。表 1 为图上所示 2 张 TIC 图中 1-16 号化合物的保留时间，定性物质及相对含量。

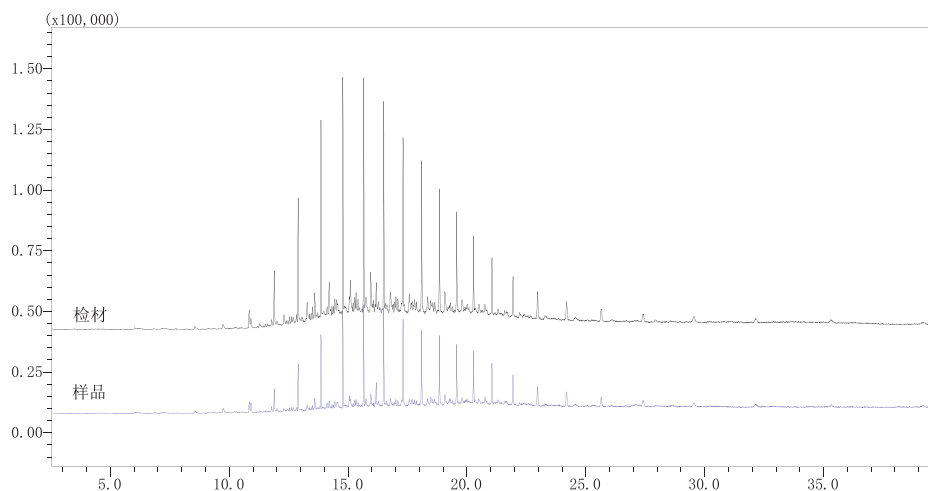
表 1 检材重质矿物油及样品重质矿物油化合物比对表

序号	检材				样品			
	保留时间 (min)	化合物名称	CAS 号	相对含量 (%)	保留时间 (min)	化合物名称	CAS 号	相对含量 (%)
1	10.841	十八烷	593-45-3	4.61	10.844	十八烷	593-45-3	2.97
2	11.896	十九烷	629-92-5	13.69	11.897	十九烷	629-92-5	4.67
3	12.900	二十烷	112-95-8	28.82	12.901	二十烷	112-95-8	9.36
4	13.859	二十一烷	629-94-7	44.58	13.859	二十一烷	629-94-7	13.80
5	14.777	二十二烷	629-97-0	55.46	14.776	二十二烷	629-97-0	18.63
6	15.656	二十三烷	638-67-5	52.77	15.655	二十三烷	638-67-5	18.59
7	16.185	油酰胺	301-02-0	100.00	16.185	油酰胺	301-02-0	100.00
8	16.499	二十四烷	646-31-1	45.46	16.497	二十四烷	646-31-1	18.50
9	17.310	二十五烷	629-99-2	36.48	17.308	二十五烷	629-99-2	14.91
10	18.090	二十六烷	630-01-3	37.83	18.089	二十六烷	630-01-3	14.94
11	18.843	二十七烷	593-49-7	26.17	18.841	二十七烷	593-49-7	12.65
12	19.568	二十八烷	630-02-4	23.53	19.567	二十八烷	630-02-4	11.32
13	20.277	二十九烷	630-03-5	20.08	20.276	二十九烷	630-03-5	11.23
14	21.054	三十烷	638-68-6	17.01	21.053	三十烷	638-68-6	10.00
15	21.937	三十一烷	630-04-6	16.94	21.936	三十一烷	630-04-6	10.71
16	22.973	三十二烷	544-85-4	10.66	22.966	三十二烷	544-85-4	7.34

注：相对含量以最高峰油酰胺的峰面积为 100%，其余化合物的峰面积与其比值。

3.2 选择离子碎片分析

参考标准《GA/T 1941-2021 法庭科学重质矿物油检验 气相色谱 - 质谱法》要求：需要分别选择 m/z 85、 m/z 82、 m/z 191 的碎片离子，分析检材及样品中直链烷烃、支链烷烃、烷基环己烷、萘类化合物组分的情况。

图 5 直链烷烃和支链烷烃类化合物 (m/z 85) 选择离子色谱图

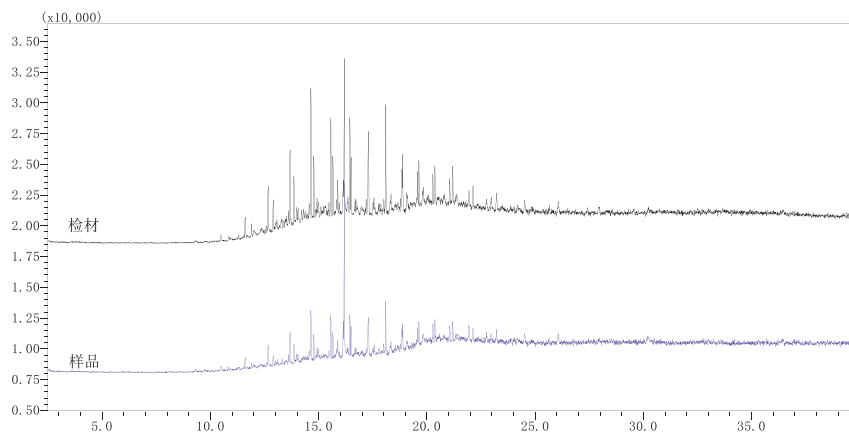


图6 环烷烃类化合物 (m/z 82) 选择离子色谱图

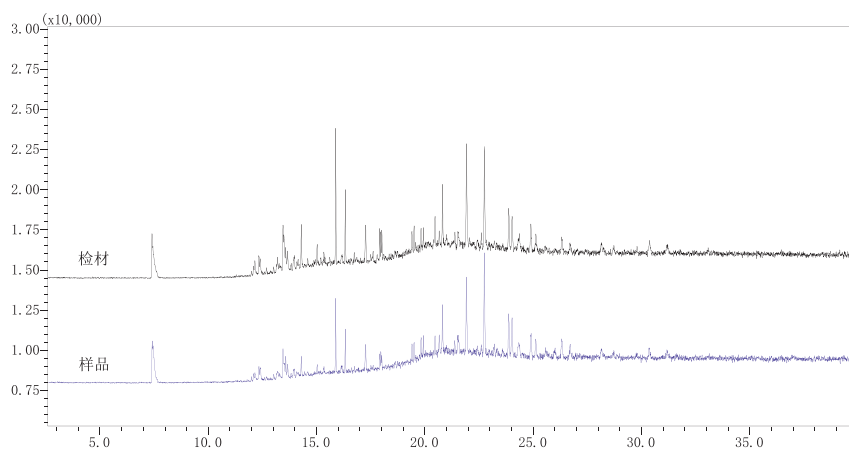


图7 萘类化合物 (m/z 191) 选择离子色谱图

3.3 结果评价

参考标准 GA/T 1941-2021 《法庭科学重质矿物油检验 气相色谱 - 质谱法》评价要求，其中检材及样品中主要的直链烷烃化合物在 C15 ~ C40 范围内，峰型符合重质矿物油分布规律和成分组成，表明检材及样品中均检出重质矿物油成分。

检材与比对样本总离子流色谱图形状分布和起峰、落峰、最高点位置基本相同，对应成分相同，而色谱峰相对比例不同，表明检材与比对样品中检出的重质矿物油主要成分相同，但相对含量有差异。从选择离子流图比较得到检材和样品中直链烷烃和支链烷类、烷基环基烷类、萘类化合物的峰形类似也可以判断两者所含成分一致，相对含量有差异。

■ 结论

本文利用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了法庭科学中重质矿物油的检测方法。对 1 份检材与 1 份样本中的重质矿物油进行了分析。通过分析两者的总离子流谱图，选择离子色谱图，及主要成分及相对含量，判断检材与样品中检出的重质矿物油主要成分相同，但相对含量有差异。分析结果表明，该方法满足 GA/T 1941-2021 《法庭科学重质矿物油检验 气相色谱 - 质谱法》标准相关规定要求，可应用于法庭科学领域重质矿物油的定性分析和有机成分的比对检验。

岛津应用云

