

采用高速扫描DSC 技术表征单纤维 样品在法医鉴定 领域中的应用



DSC 8500

介绍

犯罪现场调查和取证过程中，犯罪或法医实验室经常需要与微量样品打交道，通过确定这类材料的类型及其可能的生产厂商为刑侦破案提供线索及证据。比如，在犯罪现场经常会发现的单纤维证物。纤维对于犯罪现场调查非常有帮助，因为这类物品容易黏附，因此可以为犯罪现场调查提供有用的线索和证据。当然，分析纤维样品也存在不利的方面，纤维的质量往往非常轻（在50微克量级），因此对热分析表征仪器提出了较高的要求。

热分析，特别是差示扫描量热仪（DSC）对于表征聚合物和纤维非常有用。一般而言，DSC实验的样品质量在5到10毫克量级。但是，一根纤维的质量要比通常测试所用质量小100倍。对于这种特殊应用，要求DSC仪器具有高灵敏度和高性能。特别指出的是，高速扫描DSC技术是表征微量样品的一种实用的手段，由于采用非常快的升温速率（100 to 400 °C/分钟）可以显著提高信号灵敏度。功率补偿型DSC已成功用于影印文件墨粉的法医学研究¹。

珀金埃尔默公司的双炉体DSC提供了表征单纤以及其他法医的应用需求所需要的高性能。双炉体DSC采用了独特的高性能功率补偿DSC方法来得到极高质量的研究级结果。由于下列特征，功率补偿DSC具有出色的性能：

- 采用轻质（<1克）且相互独立的样品和参比炉体，以获得快速响应时间。
- 炉体可进行快速地线性加热以及冷却过程（高达750 °C/分钟）用于高速DSC实验，并极大地提高灵敏度。
- 能够快速达到等温状态。
- 测量的是真实热流信号而非温度差信号，因此可以获得更精确的量热信号。
- 采用PRT技术，即铂电阻测温技术，而非单点式热电偶测温，因此样品温度测量更加精确。
- 绝无仅有的分辨率可以分离重叠的热现象。
- 非常高的灵敏度可以探测微弱信号或较低的能量转变。
- 步进扫描DSC可以有效分离热力学及动力学过程（对于时间尺度上的DSC测试）。这提供了更好的数据解释，使玻璃化转变现象以及其他热现象的测试更清晰。

法医方面的红外显微学

红外显微镜已被广泛的应用于法医学鉴定应用场合，DSC热性能测试是红外显微镜技术的有效补充。红外显微学在法医鉴别痕迹材料方面已成为基本手段。单纤、单晶、颜料碎片、口红印迹、毛发纤维上的发胶、爆炸物、火药残留以及其他小颗粒（尺寸在约10微米以下）都可以由它们独特的红外谱图鉴别出来。对于这些分析也可采用其他技术，包括气相色谱GC、气相色谱/质谱联用GC/MS，扫描电子显微镜SEM（尽管没有这么频繁）、拉曼光谱Raman（也没有这么频繁）、光学显微镜，以及化学湿选法。特别需要指出的是，法医化学家倾向于至少采用两种试验来验证证据的可信度。鉴别通常通过与电子版的参照谱图或者与书中参考数据对比来进行。就绝大部分而言，每个有机化合物都有一个独特的红外谱图。

珀金埃尔默公司生产三种类型的红外显微系统：MultiScope, AutoIMAGE, 和 Spotlight 300。所有系统的都与一个标准的傅立叶变换红外连接。MultiScope是我们显微系统产品中性价比最高的，它能提供与其它系统同样的信息，但是以手动模式。AutoIMAGE系统是一个标准的自动执行的显微仪，它的所有控制全自动，使用方便，分析快捷。本工作中，我们使用的是Spotlight 300系统。它能快速提供高质量的红外图像，所用样品与它的竞争者比小到只有后者的十分之一。珀金埃尔默公司在双炉体DSC方面具有与在红外显微仪方面相似的优势。它快速提供高质量数据，能提供其他系统由于灵敏度不够而不能提供的信息。

在本应用研究中，采用功率补偿型DSC的高速扫描DSC技术，表征了两种单纤（长约1.5英寸）样品的热性能。目的是证明功率补偿DSC结合非常快的扫描速率能提供必要的高灵敏度以获得法医学所需特征信息。

实验

测试表征单纤样品的热性能的实验条件如下。DSC用高纯度金属铂温度和热焓相应作了标定。

实验条件	
仪器	Pyris功率补偿DSC
加热速率	200 °C/分钟
样品质量	约0.05毫克
样品盘	标准卷边铝皿
起始温度	0 °C
吹扫气体	氮气

结果

图1显示的是第一种地毯单纤样品的DSC结果。图中显示的是热流对样品温度的曲线，吸热响应方向向上。

DSC得到的数据结果质量很高，尤其要考虑到样品质量只有0.05毫克。

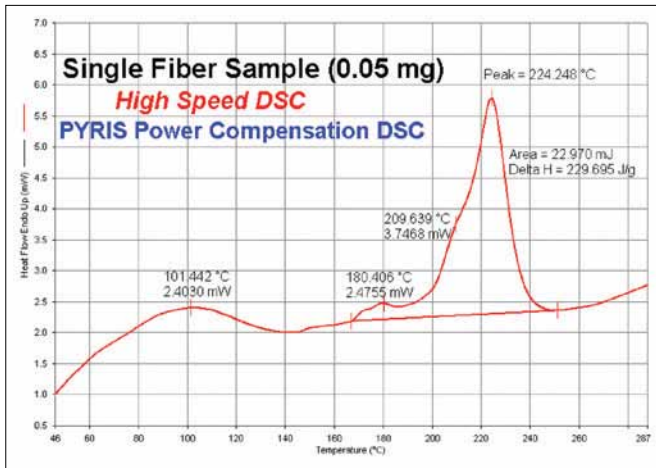


图1.采集的原始单纤样品的高速扫描DSC结果

采用高速扫描DSC测试可以为纤维样品提供了大量的特征信息。在101 °C有一个宽的吸热转变，鉴于该转变所处的温度区域，很有可能是由于水分蒸发引起的吸热过程。在224°C有一个熔融峰，熔融热为229焦耳/克。另外，在180 °C和209 °C也观察到吸热峰，这些吸热过程可能是由于加工或热定型过程引起的。

从该纤维样品的特征热性能推断，它应该属于尼龙6²。由于这个单纤观察到的热特性提供了材料的“指纹”特性，有助于追踪这种地毯线的特定生产者，因此用于法医学目的非常有价值。

为了更好地判定这个地毯单纤材料是否属于尼龙6，样品被淬冷到室温，然后再加热。第二周升温过程采用200 °C/分钟的速率加热，结果如图2示。第二周升温过程的DSC结果证实这种特定地毯样品的所用聚合物为尼龙6。DSC曲线显示61°C有一个玻璃化转变（T_g），98°C处发生了冷结晶，220°C有一个熔融峰。所有的信息都与尼龙6的特征一致。

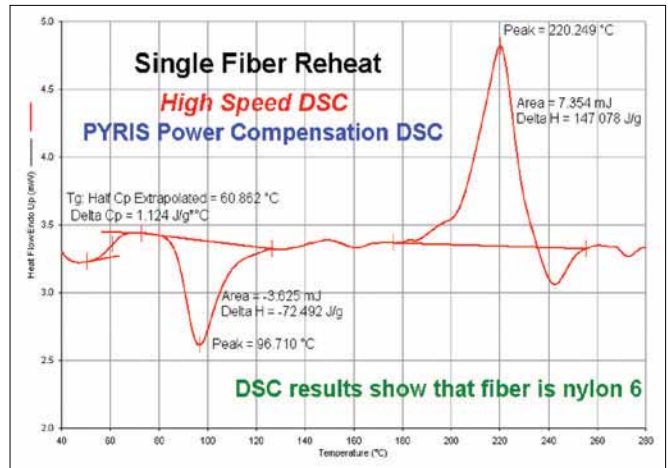


图2.淬冷纤维样品的高速扫描DSC结果

第二种地毯单纤样品同样也采用高速扫描DSC方法进行分析，结果如图3所示。

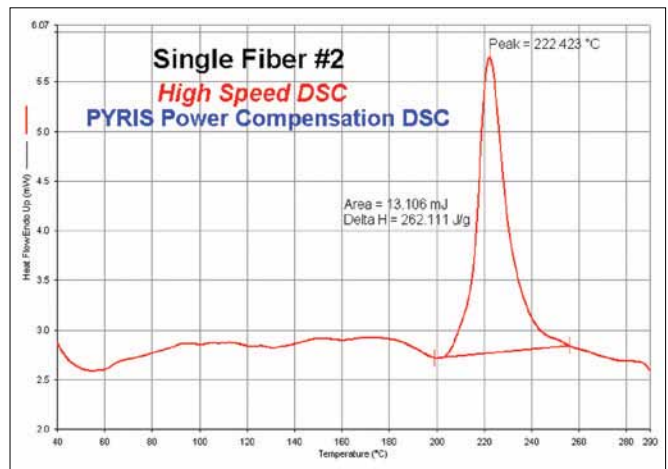


图3.第二种单纤样品的高速扫描DSC结果

DSC测试结果显示，纤维在222°C熔融，熔融热为262焦耳/克。这些数据显示这种纤维最有可能是尼龙6。在熔点以下热特性显著不同于另一个原始地毯单纤（图1示），说明这两种不同纤维，尽管都是尼龙6，但来自两张不同的地毯。用高速DSC得到的这两种不同的地毯试样的热特性对于确定纤维的本质特性和可能的来源/生产者非常有用。

小结

两种地毯单纤样品（质量仅有0.05毫克）采用功率补偿型DSC的高速扫描DSC方法进行了表征。极快的升温速率可以显著提高信号的灵敏度(100到400 °C/分钟)，为成功表征非常小质量材料的特性提供基础。这对于通常需要分析微量样品的法医鉴定领域尤其重要。在本应用研究中，用高速DSC对两种不同的单纤样品进行了分析。实验数据证明，纤维最有可能由尼龙6聚合物制成。从每个纤维试样得到的特别热性质，为法医学鉴定目的提供了有用的“指纹”信息。

功率补偿型DSC和高速扫描DSC方法为法医学常用手段-红外显微学作了有效补充。珀金埃尔默公司是唯一一家能够同时提供高速扫描DSC和红外显微系统的公司。

参考文献

1. W.J. Sichina, 珀金埃尔默 热与元素分析, 技术文献 PETech-50
2. R.P. Chartoff, 聚合物材料的热特性, 第二版, Edith Turi主编, 学术出版社(1997), p. 606.

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器（上海）有限公司

地址：上海张江高科园区李冰路67弄4号

邮编：201203

电话：800 820 5046 或 021-38769510

传真：021-50791316

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。