

ASTM Standard E1588-20: Standard Practice for Gunshot Residue Analysis by Scanning
Electron Microscopy/Energy Dispersive X-Ray Spectrometry¹

มาตรฐานการปฏิบัติงานการวิเคราะห์เขม่าปืนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด/
(SEM/EDX) แปลโดย กลุ่มตรวจพิสูจน์อาวุธปืนและวัตถุพยานทางฟิสิกส์ กองตรวจพิสูจน์ทาง
วิทยาศาสตร์

1. ขอบเขต

1.1 แนวทางปฏิบัตินี้ครอบคลุมการวิเคราะห์เขม่าปืนด้วย SEM/EDX. การวิเคราะห์ทำงานโดยการควบคุมของซอฟต์แวร์อัตโนมัติของระบบ SEM/EDS เพื่อคัดกรองตัวอย่างสำหรับอนุภาคที่อาจเกี่ยวข้องกับเขม่าปืนจากนั้นจึงใช้การควบคุมเครื่องมือด้วยผู้ปฏิบัติงาน เพื่อยืนยันการวิเคราะห์และจำแนกอนุภาคที่อาจเกี่ยวข้องกับเขม่าปืน แนวทางปฏิบัตินี้อ้างถึงการวิเคราะห์เฉพาะ stub ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเท่านั้น (1).²

1.2 เนื่องจากซอฟต์แวร์และฮาร์ดแวร์มีความแตกต่างกันไปตามระบบทางการค้า, แนวทางปฏิบัติจึงถูกทำให้อยู่ในรูปแบบทั่วไป. สำหรับคำศัพท์และการใช้งานที่เหมาะสมให้ดูคู่มือของ SEM/EDX ของแต่ละเครื่อง.

1.3 ค่าที่กำหนดระบุในหน่วย SI ซึ่งถือเป็นค่ามาตรฐาน ไม่มีหน่วยการวัดอื่นรวมอยู่ในมาตรฐานนี้

1.4 มาตรฐานนี้ไม่สามารถใช้แทนความรู้ ทักษะ หรือความสามารถที่ได้รับจากการศึกษา การฝึกอบรม และประสบการณ์ (Practice E2917) และจะต้องใช้ร่วมกับการตัดสินใจอย่างมีอาชีพโดยบุคคลที่มีความรู้ ทักษะ และความสามารถเฉพาะด้าน

1.5 มาตรฐานนี้ไม่ได้กล่าวถึงข้อกังวลด้านความปลอดภัยทั้งหมด หากมี ที่เกี่ยวข้องกับการใช้งาน เป็นความรับผิดชอบของผู้ใช้เมื่อใช้แนวทางปฏิบัตินี้เพื่อกำหนดแนวทางปฏิบัติด้านความปลอดภัยและสุขภาพที่เหมาะสม และพิจารณาการบังคับใช้ข้อจำกัดด้านกฎระเบียบก่อนใช้

1.6 มาตรฐานสากลฉบับนี้ได้รับการพัฒนาตามหลักการที่เป็นที่ยอมรับในระดับสากลเกี่ยวกับมาตรฐานที่กำหนดไว้ในหลักการการตัดสินใจเพื่อการพัฒนามาตรฐานสากล แนวทางและข้อเสนอแนะที่ออกโดยคณะกรรมการ Technical Barriers to Trade (TBT) ขององค์การการค้าโลก

¹การปฏิบัตินี้อยู่ภายใต้เขตอำนาจของคณะกรรมการ ASTM E30 ด้านนิติวิทยาศาสตร์และเป็นการรับผิดชอบโดยตรงของคณะกรรมการ E30.01 ด้านอาชญากรรม ฉบับปัจจุบันได้รับการอนุมัติเมื่อวันที่ 1 กุมภาพันธ์ 2017 เผยแพร่เมื่อวันที่ กุมภาพันธ์ 2017 ได้รับการอนุมัติครั้งแรกในปี 1994 เวอร์ชันก่อนหน้าล่าสุดได้รับการอนุมัติในปี 2016 ในชื่อ E1588-16a. DOI: 10.1520/E1588-17.

²ตัวเลขตัวหนาในวงเล็บอ้างอิงถึงรายการอ้างอิงที่ส่วนท้ายของมาตรฐานนี้

2. เอกสารอ้างอิง

2.1 มาตรฐาน ASTM:³

E1492 Practice for Receiving, Documenting, Storing, and Retrieving Evidence in a Forensic Science Laboratory. (แนวทางปฏิบัติสำหรับการรับ, เอกสาร, การเก็บรักษา, และการเข้าถึงวัตถุพยานในห้องปฏิบัติการทางนิติวิทยาศาสตร์)"

E2917 Practice for Forensic Science Practitioner Training, Continuing Education, and Professional Development Programs. (แนวทางปฏิบัติสำหรับการฝึกอบรมผู้ปฏิบัติงานนิติวิทยาศาสตร์ การศึกษาต่อเนื่อง และโปรแกรมการพัฒนานวิชาชีพ)

³สำหรับมาตรฐาน ASTM ที่อ้างอิง โปรดไปที่เว็บไซต์ ASTM www.astm.org หรือติดต่อฝ่ายบริการลูกค้า ASTM ที่ service@astm.org สำหรับหนังสือฉบับประจำปีของมาตรฐาน ASTM โปรดดูหน้าสรุปเอกสารของมาตรฐานบนเว็บไซต์ ASTM

3. คำศัพท์

3.1 คำจำกัดความ

3.1.1 stub, n—อุปกรณ์เก็บตัวอย่างที่มีพื้นผิวการที่ใช้ในการเก็บรวบรวมวัสดุสำหรับการวิเคราะห์ SEM/EDS.

3.1.2 characteristic particles, n—อนุภาคที่มีองค์ประกอบที่พบได้ยากในแหล่งอื่นนอกจากเขม่าป็น

3.1.3 consistent particles, n—อนุภาคที่มีองค์ประกอบที่พบในเขม่าป็นและเกิดขึ้นจากแหล่งอื่นที่ไม่เกี่ยวข้องกันกับอาวุธปืน

3.1.3.1 อภิปราย- อนุภาคที่มีความสอดคล้องกับเขม่าป็นดังกล่าวเกิดขึ้นจากกระบวนการทำงาน เครื่องมือ หรืออุปกรณ์ต่างๆ และสามารถพบได้ในสิ่งแวดล้อมที่ต่างกัน

3.1.4 commonly associated particles, n—อนุภาคที่มีองค์ประกอบที่พบได้ทั่วไปในสิ่งแวดล้อม

3.1.4.1 อภิปราย - เมื่อมีอนุภาคที่มีลักษณะเฉพาะและ/หรืออนุภาคที่สอดคล้องกับอนุภาคของเขม่าป็น สามารถใช้ในการแปลผลได้ ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้ที่อนุภาคที่ตรวจพบเป็นอนุภาคของเขม่าป็น อย่างไรก็ตามในการจำแนกอนุภาคดังกล่าว ใช้ตัวอย่างเพียงเล็กน้อยในการตรวจเขม่าป็น

3.1.5 morphology, n; สันฐานวิทยา adj—หมายถึงขนาด รูปร่าง โครงสร้าง และ เนื้อสัมผัส

4. สรุปแนวทางการปฏิบัติ

4.1 อนุภาคที่ประกอบด้วยองค์ประกอบเลขอะตอมที่มีค่าเฉลี่ยสูงจะถูกตรวจพบโดยสัญญาณจาก Backscattered electron และ EDS Spectrum ซึ่ง EDS Spectrum จากแต่ละตำแหน่ง EDS Spectrum ใช้ในการประเมินธาตุองค์ประกอบและจำแนกอนุภาคว่า เป็นอนุภาคที่มีความสอดคล้อง หรือเป็นอนุภาคที่มีลักษณะเฉพาะของเขม่าป็น (2-4) ดูหัวข้อที่ 9 สำหรับการอภิปรายเกี่ยวกับการจำแนกประเภทของอนุภาค

5. ความสำคัญและการใช้งาน

5.1 เอกสารนี้จะใช้กับเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการนิติวิทยาศาสตร์ที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ตัวอย่างเขม่าป็น โดย SEM/EDS (5)

5.2 การวิเคราะห์เขม่าป็นด้วยเทคนิค SEM/EDS เป็นวิธีการแบบไม่ทำลายตัวอย่าง (6, 7) ซึ่งให้ข้อมูลทั้งทางสันฐานวิทยาและธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบในแต่ละอนุภาค.

5.3 การวิเคราะห์อนุภาคแตกต่างกับวิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างโดยรวม เช่น atomic absorption spectrophotometry (AAS) (8), การ neutron activation analysis (NAA) (9), inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) และ inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP)-MS โดยที่วัสดุตัวอย่างถูกละลายหรือแยกออกก่อนการตรวจสอบความเข้มข้นของธาตุองค์ประกอบทั้งหมด ด้วยเหตุนี้ตัวอย่างจึงเสียขนาด รูปร่าง และการบ่งชี้อนุภาคแต่ละตัว

6. การเตรียมตัวอย่าง

6.1 เมื่อผืนึกของวัตถุดิบได้รับความเสียหาย ควรใช้ความระมัดระวังเพื่อไม่ให้มีวัตถุใดสัมผัสกับพื้นผิวบริเวณที่เป็นกาวเหนียวของสตัปที่ใช้เก็บตัวอย่าง SEM/EDS และสตัปนี้ต้องไม่ถูกเปิดไว้นานกว่าช่วงเวลาการย้าย ติดตั้ง หรือการบ่งชี้

6.2 สตัปเก็บตัวอย่างต้องติดฉลากในลักษณะที่แยกแยะได้จากสตัปที่เก็บตัวอย่างอื่นโดยไม่กระทบต่อตัวอย่าง เช่น ติดป้ายด้านล่างหรือด้านข้างของสตัป

6.3 หากมีการใช้สตัปเก็บตัวอย่างที่มีกาวเหนียวชนิดไม่นำไฟฟ้า สตัปดังกล่าวจะต้องเคลือบเพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้า ยกเว้นการวิเคราะห์สิ่งแวดล้อม (ESEM) หรือ วิเคราะห์ในสภาวะ Variable Pressure/สุญญากาศต่ำของระบบเครื่อง SEM คาร์บอนเป็นสารเคลือบที่ใช้ทั่วไปในการเคลือบตัวอย่างเนื่องจากไม่รบกวนกับสัญญาณของรังสีเอกซ์ที่สนใจ สำหรับ SEM ที่ใช้งานได้ในสภาวะสุญญากาศสูงการเคลือบตัวอย่างที่เพียงพอจะช่วยกำจัดประจุไฟฟ้า (Charging) บนตัวอย่างได้

6.4 ปฏิบัติตามขั้นตอนที่เหมาะสม สำหรับการจัดการและการจัดทำเอกสารของตัวอย่างที่รับมาทั้งหมดจากเอกสารตัวอย่าง เช่น Practice E1492

7. พื้นที่ตัวอย่าง

7.1 สตัปเก็บตัวอย่างสำหรับเครื่อง SEM โดยทั่วไปใช้สตัป ขนาด 12.7 มิลลิเมตร หรือ 25.4 มิลลิเมตร ซึ่งมีพื้นที่ผิวขนาด 126.7 ตารางมิลลิเมตร และ 506.7 ตารางมิลลิเมตร ตามลำดับ

7.2 SEM/EDS ที่วิเคราะห์ด้วยโหมดอัตโนมัติสามารถเก็บข้อมูลจากพื้นผิวเกือบทั้งหมดของสตัปเก็บตัวอย่าง เนื่องจากความแตกต่างกันระหว่างรูปร่างสตัปเก็บตัวอย่าง (วงกลม) และมุมมองในการค้นหา (สไลด์เหลี่ยมจัตุรัสหรือสไลด์เหลี่ยมผืนผ้า) การวิเคราะห์พื้นที่ตัวอย่าง 100% เป็นสิ่งที่เป็นไปได้ในบางระบบ

7.3 แนะนำให้ทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของตัวอย่างให้มากที่สุด อย่างไรก็ตาม ระบบอัตโนมัติสามารถสั่งการให้หยุดการวิเคราะห์สตัป หรือชุด สตัปเมื่อตรวจพบจำนวนของอนุภาคตามที่ได้กำหนดไว้ล่วงหน้า การตัดสินใจว่าจะมีจำนวนอนุภาคเท่าใดเป็นไปตามข้อกำหนดเฉพาะกรณี ควรกำหนดไว้ในขั้นตอนการปฏิบัติงานมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ

8. ข้อกำหนดและการใช้งานเครื่องมือ

8.1 ทั่วไป

8.1.1 ระบบของ SEM/EDS เชิงพาณิชย์ส่วนใหญ่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เคมีเป็นเนื่องจากเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนดไว้ในข้อ 8.2 และ 8.3

8.1.2 การเก็บข้อมูลเคมีอัตโนมัติเกี่ยวข้องกับการเก็บข้อมูลบางส่วนที่ควบคุมโดยซอฟต์แวร์อัตโนมัติของเครื่องมือ ขอบเขตความสามารถของระบบ SEM และ EDS ที่มีการสื่อสารและทำงานร่วมกัน

แตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับผู้ผลิตและประสิทธิภาพของซอฟต์แวร์และฮาร์ดแวร์ ระบบจะต้องสามารถเรียกคืนตำแหน่งของอนุภาคเพื่อการทวนสอบ และซอฟต์แวร์สำหรับการจัดจำอนุภาค

8.2 Scanning Electron Microscope (SEM):

8.2.1 SEM ที่ทำงานในโหมดถ่ายภาพแบบ Backscattered Electron ต้องกำหนดค่าการตรวจหาอนุภาคที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอย่างน้อย 1 ไมครอน

8.2.2 SEM ต้องสามารถเร่งแรงดันไฟฟ้าได้อย่างน้อย 20 kV

8.2.3 ระบบ SEM ต้องประกอบด้วยแท่นวางตัวอย่างแบบมอเตอร์ที่มีการควบคุมแบบอัตโนมัติ

8.3 Energy Dispersive X-ray Spectrometry (EDS):

8.3.1 ตัวจับสัญญาณต้องกำหนดให้มีความละเอียดดีกว่า (น้อยกว่า) 150 eV ระหว่างการวิเคราะห์ การวัดหรือประมาณค่า Full width half maximum สูงสุดของพีค Mn Ka (1)

8.3.2 EDS สเปกตรัม ต้องใช้แรงดันไฟฟ้าต่ำสุดที่ 20 eV ต่อช่องสัญญาณ

8.3.3 การแสดงค่าที่ได้จาก EDS ต้องครอบคลุม X-Ray lines ของประโยชน์จากการวิเคราะห์ด้วยช่วงที่มีค่าขั้นต่ำ 0-15 keV

8.3.4 ระบบอัตโนมัติรวมถึงความสามารถของซอฟต์แวร์ที่รับ X-Ray สเปกตรัม สำหรับเวลาที่กำหนด หรือ X-Ray counts ทั้งหมด

8.3.5 เครื่องมือต้องสามารถบันทึกสเปกตรัมจากการวิเคราะห์ Candidate particles ได้ โดยอย่างน้อยระบบอัตโนมัติต้องสามารถเก็บพิกัดตำแหน่งของอนุภาคทั้งหมด

8.4 การจัดวางตัวอย่าง

8.4.1 บันทึกตำแหน่งของสตัป (สตัปตัวอย่าง และสตัปมาตรฐาน/อ้างอิง) บนฐานวาง SEM เมื่อใส่ตัวอย่าง

8.4.2 ตัวอย่างที่คาดการณ์หรือจำเป็นต้องวิเคราะห์เพิ่มเติม แนะนำให้ นำสตัปกลับไปตำแหน่งเดิมก่อน ซึ่งอาจประกอบด้วยการทำเครื่องหมายด้านข้างของสตัป และจัดแนวด้วยเครื่องหมายบนแท่นกลิ้งจุลทรรศน์ หรือจัดวางสตัปให้พอดีกับแท่นในตำแหน่งเดียวเท่านั้น (เช่น สตัปที่มีหมุดที่เป็นครึ่งวงกลมในส่วนหน้าตัด)

8.5 การตรวจวัดและสอบเทียบ

8.5.1 อนุภาคเข้ามาป็นที่ถูกตรวจพบโดยความเข้มของสัญญาณ backscattered electron ความเข้มของสัญญาณทั้งหมดเกิดจากอนุภาคที่สัมพันธ์กันกับกระแสของลำอิเล็กตรอน, ค่าเฉลี่ยเลขอะตอม และขนาดของอนุภาค (สำหรับขนาดอนุภาคตามขนาดลำอิเล็กตรอน) อนุภาคที่มีค่าเฉลี่ยเลขอะตอมสูงจะปรากฏความสว่างมากกว่าอนุภาคที่มีค่าเฉลี่ยเลขอะตอมต่ำกว่า เมื่อค่ากระแสของลำอิเล็กตรอนเพิ่มขึ้น ความเข้มของสัญญาณจากแต่ละอนุภาคจะเพิ่มขึ้นด้วย

8.5.2 การตั้งค่าความสว่างและความคมชัด (เกนต่ำและสูง) ของระบบตัววัดสัญญาณ backscattered electron กำหนดขีดจำกัดของการตรวจวัดและจำแนกอนุภาคบนพื้นฐานของค่าเฉลี่ยเลขอะตอม เกณฑ์การตั้งค่าสำหรับสัญญาณ backscattered electron ควรทำด้วยตัวอ้างอิงที่เหมาะสมที่รู้แหล่งที่มา (จัดหาให้โดยผู้ผลิต EDS) หรือเป็นธาตุมาตรฐานที่เหมือนกันกับเครื่องมือกำหนดไว้ใช้สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่าง หากเป็นไปได้ตัวอย่างอ้างอิง ควรวิเคราะห์พร้อมกับตัวอย่าง

8.5.3 การตั้งค่าความสว่างและความคมชัดของตัววัดสัญญาณ backscattered electron ควรกำหนดให้ครอบคลุมอนุภาคที่มีเลขอะตอมสูงที่เราสนใจ และไม่รวมอนุภาคที่มีเลขอะตอมต่ำที่ไม่สนใจ โดยทั่วไปการตั้งค่าความคมชัดสูงและค่าความสว่างต่ำให้อยู่ในช่วงเกณฑ์ที่กำหนด แต่หากว่า beam current

เปลี่ยนแปลงจากเดิมทำให้ค่าความสว่างและความคมชัดเปลี่ยนไปจากเกณฑ์ที่อ้างอิง จึงไม่สามารถเข้ากันได้กับเงื่อนไขใหม่ควรทำการปรับค่าใหม่ การวัดค่า beam current สามารถทำได้ด้วย (แต่ไม่ได้จำกัดเพียง) Faraday cup, มิเตอร์วัดค่ากระแส, หรือติดตามค่า Beam current โดยเปรียบเทียบกับค่าเฉลี่ยโดยรวมที่ตำแหน่งฟิสิกส์เดียวกัน ตามลำดับ โดยเทียบกับวัสดุมาตรฐานที่ทราบค่า

8.6 การควบคุมคุณภาพ

8.6.1 เมื่อทำการวิเคราะห์เขม่าป็นแบบอัตโนมัติ จะต้องเลือกวิธีการตรวจวัดที่มีความเฉพาะเพื่อให้เป็นไปตามข้อกำหนดการจัดการด้านคุณภาพขั้นพื้นฐานที่ต้องการ แนะนำให้มีการควบคุมโดยการใช้แผนภูมิควบคุม (Control Chart) และ/หรือการติดตามพารามิเตอร์ของเครื่องมือ รวมถึงการควบคุมคุณภาพของเมทริก ตามเงื่อนไขขั้นต่ำดังนี้:

8.6.1.1 กำหนดขั้นตอนการปฏิบัติงาน และพารามิเตอร์ของเครื่องมือที่มีความเหมาะสม ก่อนการวิเคราะห์ตัวอย่าง

8.6.1.2 ติดตามค่าพลังงาน และความเสถียรของ Beam Current อย่างน้อย 1 ครั้งต่อ 1 ชุดตัวอย่าง โดยใช้วัสดุอ้างอิง หรือวัสดุที่รู้ค่าองค์ประกอบของธาตุ เช่น ทองแดง, โคบอล เป็นต้น

8.6.1.3 ตรวจวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุ และขนาดของอนุภาค จากวัสดุอ้างอิงเพื่อทดสอบความถูกต้องของเครื่องมือ โดยแนะนำว่าวัสดุอ้างอิงที่นำมาทดสอบต้องเตรียมในลักษณะที่สามารถเปรียบเทียบได้กับการเก็บรวบรวมตัวอย่างเพื่อส่งตรวจ วัสดุอ้างอิงอาจเป็นตัวอย่างเขม่าป็นที่มาจากแหล่งที่ทราบค่า นอกจากนี้อาจมีการเพิ่มอนุภาคจากสิ่งแวดล้อมเพิ่มเติมเพื่อให้แน่ใจว่ามีการรวมหรือแยกอนุภาคบางประเภท ออก หรืออาจใช้เขม่าป็นมาตรฐาน GSR สังเคราะห์ที่มีอนุภาคซึ่งประกอบด้วยองค์ประกอบของธาตุที่น่าสนใจ ความถี่ของการวิเคราะห์ตัวอย่างอ้างอิงนี้ต้องเป็นไปตามแนวทางที่กำหนดไว้ในขั้นตอนการปฏิบัติงานมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ

8.6.1.4 แนะนำให้มีเก็บตัวอย่างอนุภาคในสิ่งแวดล้อม หรือตัวอย่างควบคุม (Control sample) และกำหนดไว้ในวิธีปฏิบัติงาน เพื่อติดตามความสะอาดของกระบวนการเก็บ หรือกระบวนการตรวจวิเคราะห์ หรือทั้งสองอย่าง ตัวอย่างอนุภาคในสิ่งแวดล้อมสามารถเตรียมได้หลายวิธี ตัวอย่างเช่น ใช้สับที่ยังไม่ผ่านการใช้งาน ซึ่งถูกเตรียมไว้พร้อมๆ กับ สดบที่ใช้เก็บตัวอย่าง หรือเป็นสดบที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง หรือ สดบที่เก็บอนุภาคในสิ่งแวดล้อม (โดยปล่อยให้สัมผัสกับอากาศหรือการเก็บตัวอย่างโดยตรงจากพื้นที่ทำงานที่สะอาด) หรือทั้งสองแบบ

8.6.1.5 ควรระมัดระวังการปนเปื้อน (Cross Contamination) เมื่อมีการเคลื่อนย้ายตัวอย่างเข้าและออกจากเครื่องมือ อุปกรณ์หรือเครื่องมือควรได้รับการทำความสะอาดโดยใช้ตัวทำละลาย และผ้าเช็ดทำความสะอาด (แบบไร้ขน)

9. การวิเคราะห์ข้อมูล

9.1 คำจำกัดความ และการจัดหมวดหมู่

9.1.1 สัณฐานวิทยา

9.1.1.1 อนุภาคที่ระบุว่าเป็นลักษณะเฉพาะหรือสอดคล้องกับเขม่าป็น ด้วยเทคนิคนี้มักเป็นอนุภาคทรงกลม โดยปกติจะมีเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง $0.5\ \mu\text{m}$ ถึง $5.0\ \mu\text{m}$ ส่วนที่เหลือมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอหรือมีขนาดแตกต่างกัน ตั้งแต่ $0.5\ \mu\text{m}$ ถึง $100+\ \mu\text{m}$ หรือทั้งสองแบบ (6, 11, 12) โดยทั่วไปกระบวนการเกิดเขม่าป็นมักไม่สอดคล้องกับสัณฐานวิทยาของผลึกที่แสดง เมื่อวิเคราะห์อนุภาคโดย SEM

อย่างไรก็ตาม ให้สังเกตอนุภาสดังกล่าว กับ Primer GSR Residue ที่ทราบค่า เนื่องจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาอาจมีความแตกต่างกันอย่างมาก จึงไม่ควรพิจารณาว่าเป็นเกณฑ์เดียว สำหรับการระบุว่าเป็นเขม่าปืน

9.1.2 องค์ประกอบของธาตุ

9.1.2.1 องค์ประกอบของธาตุเป็นคุณสมบัติในการตัดสินใจที่สำคัญที่สุดเพื่อพิจารณาว่าเป็นอนุภาคของเขม่าปืนหรือไม่ (13) ในบางกรณี อาจให้คุณค่าทางนิติวิทยาศาสตร์มากขึ้น เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับองค์ประกอบของธาตุบนวัตถุพยานที่ทราบแหล่งที่มา เช่น อาวุธปืน ปลอกกระสุนปืน หรือวัตถุพยานที่เกี่ยวข้องกับผู้เสียหาย

9.1.2.2 อาจมีการพบอนุภาคที่มีองค์ประกอบของธาตุที่ไม่ได้มีทั่วไปในงานคดี ในกรณีนี้ ควรเปรียบเทียบองค์ประกอบของธาตุจากอนุภาคเหล่านี้กับแหล่งที่มาเฉพาะกรณี ตัวอย่างเช่น ปลอกกระสุนปืน หรือกระสุนปืน/ การยิงทดสอบ

9.1.3 การจำแนกเป็นอนุภาคที่มีลักษณะเฉพาะของเขม่าปืน จะต้องมียอดองค์ประกอบของธาตุดังนี้

9.1.3.1 ตะกั่ว, แอนติโมนี, แบเรียม (7)

9.1.4 การจำแนกเป็นอนุภาคที่มีความสอดคล้องกับเขม่าปืน จะต้องมียอดองค์ประกอบของธาตุแบบใดแบบหนึ่งดังนี้

9.1.4.1 ตะกั่ว, แบเรียม, แคลเซียม, ซิลิคอน

9.1.4.2 แบเรียม, แคลเซียม, ซิลิคอน

9.1.4.3 แอนติโมนี, แบเรียม (15)

9.1.4.4 ตะกั่ว, แอนติโมนี

9.1.4.5 แบเรียม, อลูมิเนียม

9.1.4.6 ตะกั่ว, แบเรียม

9.1.5 การจำแนกเป็นอนุภาคที่มีความเกี่ยวข้องกันทั่วไปกับเขม่าปืน จะต้องมียอดองค์ประกอบของธาตุอย่างใดอย่างหนึ่ง ดังนี้

9.1.5.1 ตะกั่ว

9.1.5.2 แอนติโมนี

9.1.5.3 แบเรียม

9.1.6 องค์ประกอบต่อไปนี้มาจากกระสุนปืนที่มีขนาดท้ายแบบ "ปราศจากสารตะกั่ว/ไม่เป็นพิษ" (16, 17)

9.1.6.1 การจำแนกเป็นอนุภาคที่มีลักษณะเฉพาะของเขม่าปืน จะต้องมียอดองค์ประกอบของธาตุอย่างใดอย่างหนึ่ง ดังนี้

(1) แกโดลิเนียม ไททาเนียม สังกะสี

(2) แกลเลียม ทองแดง ดีบุก

9.1.6.2 การจำแนกเป็นอนุภาคที่มีความสอดคล้องกับเขม่าปืน จะต้องมียอดองค์ประกอบของธาตุอย่างใดอย่างหนึ่ง ดังนี้

(1) ไทเทเนียม สังกะสี (16, 19)

(2) สตรอนเตียม (19, 20)

9.1.7 เป็นเรื่องปกติที่สามารถพบธาตุเพิ่มเติม (Additional elements) รวมเข้ากับอนุภาคของคลาสเหล่านี้ บางอนุภาคสามารถประกอบด้วยธาตุไม่จำกัด อาจมีเพียงธาตุเดียวหรือมากกว่า: อะลูมิเนียม

ซิลิคอน ฟอสฟอรัส กำมะถัน คลอรีน โพแทสเซียม แคลเซียม เหล็ก นิกเกิล ทองแดง สังกะสี เซอร์โคเนียม และดีบุก (1, 7) การตรวจพบธาตุกำมะถันในอนุภาคเดียวกับแบเรียมที่ไม่มีตะกั่ว พึงระวังว่าแบเรียมซัลเฟตถูกนำมาใช้ในการใช้งานหลายอย่างที่ไม่เกี่ยวข้องกับการยิงปืน การตรวจพบเหล็ก แม้ว่าจะพบได้ยาก แต่พึงระวังว่าอนุภาคเหล่านี้อาจมีอยู่ในฝุ่นจากผ้าเบรก (21) การตรวจพบธาตุเซอร์โคเนียม พึงระวังว่าอนุภาคเหล่านี้อาจมีอยู่ในถุงลมนิรภัยในรถยนต์ (22)

9.1.8 การจำแนกประเภทเพิ่มเติม สามารถนำมาปรับใช้กับการระบุชนิดขององค์ประกอบของแก๊สปืน ที่ไม่รวมอยู่ในส่วนก่อนหน้านี้ การจำแนกประเภทใหม่ควรมีข้อมูลเพิ่มเติมทางด้านความแตกต่างทางสิ่งแวดล้อม หรือจากการประกอบอาชีพ ที่สามารถเกิดอนุภาคที่อาจพบได้ในตัวอย่างที่มาจากเคมีปืน การประเมินความสำคัญของการจำแนกประเภทนี้จะต้องพิจารณาจากการวิจัยและเอกสารที่เหมาะสม (14)

9.2 การวิเคราะห์หิ้งส์เอ็กซ์เรย์ - การรวบรวมและยืนยันข้อมูล:

9.2.1 การตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM/EDS แบบอัตโนมัติ ควรเก็บข้อมูลธาตุจากอนุภาคที่มีความสว่างมากกว่า เนื่องจากการกระตบของ Back Scatter electron ที่ตั้งค่าไว้ตามเกณฑ์ที่กำหนด ข้อมูลที่ควรรวบรวมเป็นเอกสาร และ electronic file อย่างน้อยที่สุดควรมี คือ พิกัด X และ Y พื้นที่การวิเคราะห์ของพิกัด X และ Y จำนวนอนุภาคทั้งหมดที่ตรวจพบ และจำนวนอนุภาคทั้งหมดที่จำแนกว่าเป็นอนุภาคเคมีปืน

9.2.2 อนุภาคที่ตรงตามเกณฑ์ข้างต้น (9.1) เท่านั้นที่จะถูกนำมาพิจารณาเพื่อยืนยันหลังจากผู้ปฏิบัติวิเคราะห์อนุภาคที่พิกัดเดิม โดยตรวจสอบจาก X-Ray สเปกตรัมอีกครั้ง ผู้ปฏิบัติงานต้องตรวจสอบสเปกตรัมของทุกอนุภาคที่คาดว่าจะเป็เคมีปืน แล้วจึงลำแสงอิเล็กตรอนในโหมดจุด ในตำแหน่งที่ใกล้เคียงกับจุดศูนย์กลางของอนุภาค หรือการกราดยิงลำอิเล็กตรอนไปยังตำแหน่งของอนุภาค ตรวจสอบค่า X-Ray count ที่แน่นอน เพื่อระบุธาตุองค์ประกอบทั้งหมดที่น่าสนใจ หากสเปกตรัมที่วิเคราะห์ได้ว่าองค์ประกอบของธาตุที่วิเคราะห์นั้นไม่ใช่คุณลักษณะเฉพาะหรือสอดคล้องกับอนุภาคเคมีปืน การตรวจวิเคราะห์อาจถูกหยุด จำนวนอนุภาคที่ได้รับการยืนยันจะต้องเป็นไปตามแนวทางที่กำหนดไว้ในขั้นตอนการปฏิบัติงานมาตรฐานของห้องปฏิบัติการ

10. เอกสาร

10.1 เอกสารต่อไปนี้มีความจำเป็นต่อการยืนยันของแต่ละอนุภาค ตามข้อ 9.2.2:

10.1.1 รูปภาพของอนุภาคที่แสดงหลักฐานวิทยา (ตามคำจำกัดความในข้อ 9.1.1)

10.1.2 X-Ray สเปกตรัมของแต่ละอนุภาค รวมถึงองค์ประกอบของธาตุที่เกี่ยวข้องทั้งหมด

10.1.3 ผู้ปฏิบัติงาน/นักวิเคราะห์ ปฏิบัติตามขั้นตอนการปฏิบัติงานภายในห้องปฏิบัติการด้วยเอกสารที่เหมาะสม

11. คำสำคัญ

11.1 energy dispersive X-ray spectrometry; forensic science; gunshot residue; scanning electron microscopy

REFERENCES

- (1) SWGGSR, "Guide for Primer Gunshot Residue Analysis by Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy," pp. 17–21; available from <http://www.swggsr.org>."
- (2) Nesbitt, R. S., Wessel, J. E., and Jones, P. F., "Detection of Gunshot Residue by Use of the Scanning Electron Microscope," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 21, 1976, p. 595."
- (3) Andrasko, A., Maehly, A. C., "Detection of Gunshot Residues on Hands by Scanning Electron Microscopy," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 22, 1977, pp. 279 – 287.
- (4) Wolten, G. M., Nesbitt, R. S., Calloway, A. R., Loper, G. L., and Jones, P. F., "Particle Analysis for the Detection of Gunshot Residue. I: Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-ray Characterization of Hand Deposits from Firing," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 24, 1979, p. 409."
- (5) Zeichner, A., "Recent Developments in Methods of Chemical Analysis of Firearm-Related Events," *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, Vol 376, No. 8, 2003, pp. 1178–1191."
- (6) Krishnan, S. S., "Detection of Gunshot Residue: Present Status," *Forensic Science Handbook*, Volume I, Prentice Hall, Inc., Englewood Cliffs, NJ, 1982.
- (7) Wolten, G. M., Nesbitt, R. S., Calloway, A. R., Loper, G. L., and Jones, P. F., "Final Report on Particle Analysis for Gunshot Residue Detection," Report ATR-77 (7915)-3, Aerospace Corporation, Segundo, CA, 1977"
- (8) Renshaw, G. D., Pounds, C. A., and Pearson, E. F., "The Quantitative Estimation of Lead, Antimony and Barium in Gunshot Residues by Non-Flame Atomic Absorption Spectrophotometry," *Atomic Absorption Newsletter*, Vol 12, 1973, p. 55."
- (9) Hoffman, C. M., "Neutron Activation Analysis for the Detection of Firearm Discharge Residues Collected with Cotton Swabs," *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*, Vol 56, 1973, p. 1388.
- (10) Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Echlin, P., Joy, D. C., Lyman, C. E., Lifshin, E., Sawyer, L., and Michael, J. R., *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, 3rd Edition, Kluwer Academic/Plenum Publishers, NY, 2003
- (11) Basu, S., "Formation of Gunshot Residues," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 27, 1982, p. 72."
- (12) Wolten, G. M., and Nesbitt, R. S., "On the Mechanism of Gunshot Residue Particle Formation," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 25, 1980, p. 533."
- (13) Romolo, F. S., and Margot, P. "Identification of Gunshot Residue: A Critical Review," *Forensic Science International*, Vol 119, No. 2, 2001, p. 195."

(14) Zeichner, A., and Levin, N., "More on the Uniqueness of Gunshot Residue (GSR) Particles," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 42, No. 6, November 1997, pp. 1025–1026."

(15) Wallace, J. S., and McQuillan, J., "Discharge Residues from Cartridge-Operated Industrial Tools," *Journal of Forensic Science Society*, Vol 24, 1984, pp. 495–508."

(16) Gunaratnam, L., and Himberg, K., "The Identification of Gunshot Residue particles from Lead-free Sintox Ammunition," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 39, 1994, pp. 532–536."

(17) Harris, A., "Analysis of Primer Residue from CCI Blazer* Lead-free Ammunition by Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-ray," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 40, 1995, pp. 27–30."

(18) Niewoehner, L., et al., "New Ammunitions for the German Police," *SCANNING The Journal of Scanning Microscopies*, Vol 27, No. 2, 2005, p. 69."

(19) Charpentier, B., and Desrochers, C., "Analysis of Primer Residue from Lead Free Ammunition by X-Ray Microfluorescence," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 45, No. 2, 2000, pp. 447–452."

(20) Oommen, Z., and Pierce, S. M., "Lead-Free Primer Residues: A Qualitative Characterization of Winchester WinClean, Remington/ UMC Leadless, Federal BallistiClean, and Speer Lawman CleanFire Handgun Ammunition," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 51, No. 3, 2006, pp. 509–519"

(21) Garofano, L., et al., "Gunshot Residue—Further Studies on Particles of Environmental and Occupational Origin," *Forensic Science International*, Vol 103, 1999, pp. 1–21."

(22) Berk, R., "Automated SEM/EDS Analysis of Airbag Residue. 1: Particle Identification," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 54, No. 1, January 2009, pp. 60–68.

RELATED MATERIAL

Niewoehner, L., Andrasko, J., Biegstraaten, J., Gunaratnam, L., Steffen, S., and Uhlig, S., "Maintenance of the ENFSI Proficiency Test Program on Identification of GSR by SEM/EDX (GSR2003)," *Journal of Forensic Sciences*, Vol 50, No. 4, 2005; Paper ID JFS2004454. "Wallace, J. S., "Discharge Residue from Mercury Fulminate-Primed Ammunition," *Science and Justice*, Vol 38, No. 1, 1998, pp. 7–14."

Zeichner, A., Levin, N., and Dvorachek, M., "Gunshot Residue Particles Formed by Using Ammunitions That Have Mercury Fulminate Based Primers," *Journal of Forensic Sciences*, JFSCA, Vol 37, No. 6, November 1992, pp. 1567–1573.

มาตรฐาน ASTM ไม่มีความเกี่ยวข้องกับความต้องการของสิทธิบัตรฉบับใดๆ ที่อ้างถึงในมาตรฐานฉบับนี้ ผู้ใช้มาตรฐานนี้ถูกแนะนำให้พิจารณาถึงความถูกต้องของสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องด้วยและความเสี่ยงของการละเมิดสิทธิบัตรดังกล่าว ถือเป็นความรับผิดชอบของตนเองทั้งหมด

มาตรฐานนี้สามารถแก้ไขได้ตลอดเวลาโดยคณะกรรมการด้านเทคนิคที่รับผิดชอบ และต้องได้รับการทบทวนทุกๆ ห้าปี และหากไม่ได้รับการแก้ไข จะได้รับการอนุมัติใหม่หรือเพิกถอนไป ความคิดเห็นของคุณจะถูกนำมาใช้แก้ไขมาตรฐานนี้หรือเพื่อมาตรฐานเพิ่มเติม และควรส่งไปยังสำนักงานใหญ่ของมาตรฐาน ASTM ความคิดเห็นของคุณจะได้รับการพิจารณาอย่างรอบคอบในการประชุมของคณะกรรมการด้านเทคนิคที่รับผิดชอบ ซึ่งคุณอาจเข้าร่วมได้ หากคุณคิดว่าความคิดเห็นของคุณไม่ได้รับการพิจารณาอย่างยุติธรรม คุณควรแจ้งให้คณะกรรมการมาตรฐาน ASTM รับทราบตามที่อยู่ที่แสดงด้านล่าง

มาตรฐานนี้ถือลิขสิทธิ์โดย ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. การพิมพ์ซ้ำที่ละฉบับ (สำเนาเดียวหรือหลายชุด) ของมาตรฐานนี้ให้ติดต่อ ASTM ตามที่อยู่ด้านบนหรือหมายเลขโทรศัพท์ 610-832-9585 หมายเลขโทรสาร 610-832-9555 หรือ ไปรษณีย์อิเล็กทรอนิกส์ service@astm.org หรือเว็บไซต์ www.astm.org สิทธิ์ในการถ่ายสำเนาของมาตรฐานฉบับนี้อาจได้รับการคุ้มครองจากศูนย์กวาดล้างลิขสิทธิ์ 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>