

## 熱脱離/熱分解DART質量分析および蛍光X線分析によるダクトテープの分析

関連製品：質量分析計(MS)、蛍光X線分析装置(XRF)

お問合せ先： 日本電子株式会社 グローバル営業本部 TEL：03-6262-3568

### はじめに

ダクトテープや絶縁テープ等の粘着テープの同定は、犯罪捜査や法科学上、重要である。我々は熱脱離/熱分解DART (Direct Analysis in Real Time) 質量分析装置を用いて、異なったメーカー、種類のダクトテープの識別を試みた。また、蛍光X線分析装置を用いて、それぞれのテープの元素分析を行い、相補的な情報も取得した。

### 実験

—試料—

6種類のダクトテープを質量分析装置、および蛍光X線分析装置で分析した。

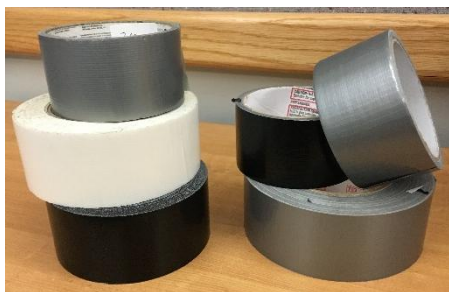


Figure 1. Duct tapes analyzed in this study.

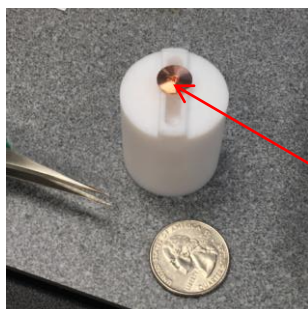
No	Description
1	Brand A-1 (gray)
2	Brand A-2 (black)
3	Brand B-1 (gray)
4	Brand B-2 (white)
5	Brand C (gray)
6	Brand D (black)
7	Brand E (black)

Table 1 List of duct tapes analyzed in this study.

—熱脱離/熱分解DART質量分析—

マススペクトルはionRocket 熱脱離/熱分解システム (株)バイオクロマト：  
<http://www.bicr.co.jp/product/analysis/ionrocket>)とDARTイオン源SVPを  
装着したJMS-T100LP AccuTOF™ LC-plus 4Gで得た (Figure 2)。

それぞれのテープを小さく (直径約1mm) 切断し、ionRocket用銅製使い捨て  
ポット (pot)に入れて測定した。(Figure 3.)



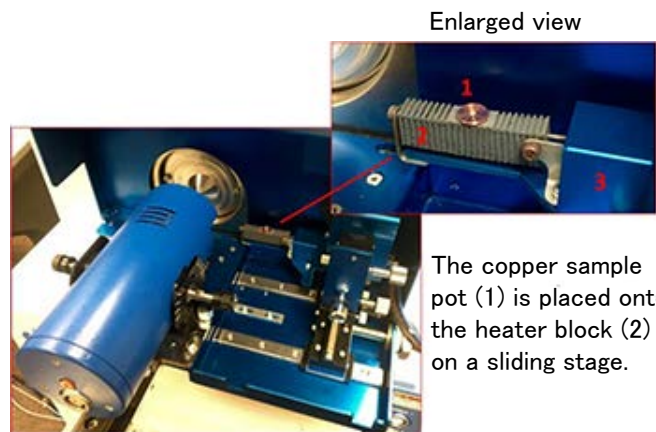
Sample (typically ~1 mm diameter)  
placed into copper "pot"

Figure 3. A copper pot used as a sample holder for the ionRocket.

銅製potをionRocketのヒーターブロックに装着し (Figure 4)、DARTイオン源のガス吐出し口とAccuTOF™ LC-plus 4Gのイオン源導入オリフィスとの間に移動させる。試料から発生する熱脱離/熱分解生成物をDARTガスの流れに効率よく導くため、ガラス製T字管を試作して用いた (Figure 5)。



Figure 2. The ionRocket thermal desorption/pyrolysis system and DART Ion Source SVP mounted on the AccuTOF™ LC-plus 4G mass spectrometer.

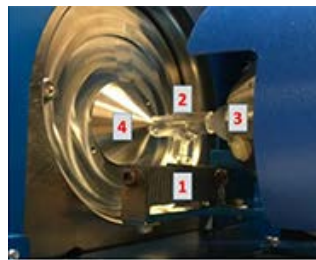


Enlarged view

The copper sample pot (1) is placed onto the heater block (2) on a sliding stage.

Figure 4. A sample mounted onto the ionRocket heater block.

ionRocketのヒーター温度は、室温から600°Cまで、100°C/分の昇温速度で加熱した。マススペクトルは、質量分解能10,000、正イオン検出モードで、 $m/z$  50~1000の範囲を、1スペクトル/秒の記録速度で取得した。



The sample pot and heater block (1) slide into position below a glass tee (2) mounted between the DART exit (3) and the mass spectrometer sampling orifice (4).

Figure 5. A sample mounted on the heater block, positioned below a glass tee.

—蛍光X線分析 (XRF)—

JSX-100S ElementEye™卓上型蛍光X線分析装置(Figure 6)を用い、Quick and Easy Organic Analysis - Vacuum solutionモードで測定した。シリコン、アルミニウムなどの軽元素の検出感度を向上させるために、真空中での測定を選択した。測定時間は1試料あたり60秒で、コリメータの設定は9mmとした。



Figure 6. "ElementEye™" benchtop x-ray fluorescence spectrometer.

結果

—熱脱離/熱分解DART質量分析—

各テープ試料について、ポリマー添加剤、天然ゴム系接着剤、熱分解生成物などがそれぞれ異なる温度で、かつ再現性よく検出された。(Figure 7)

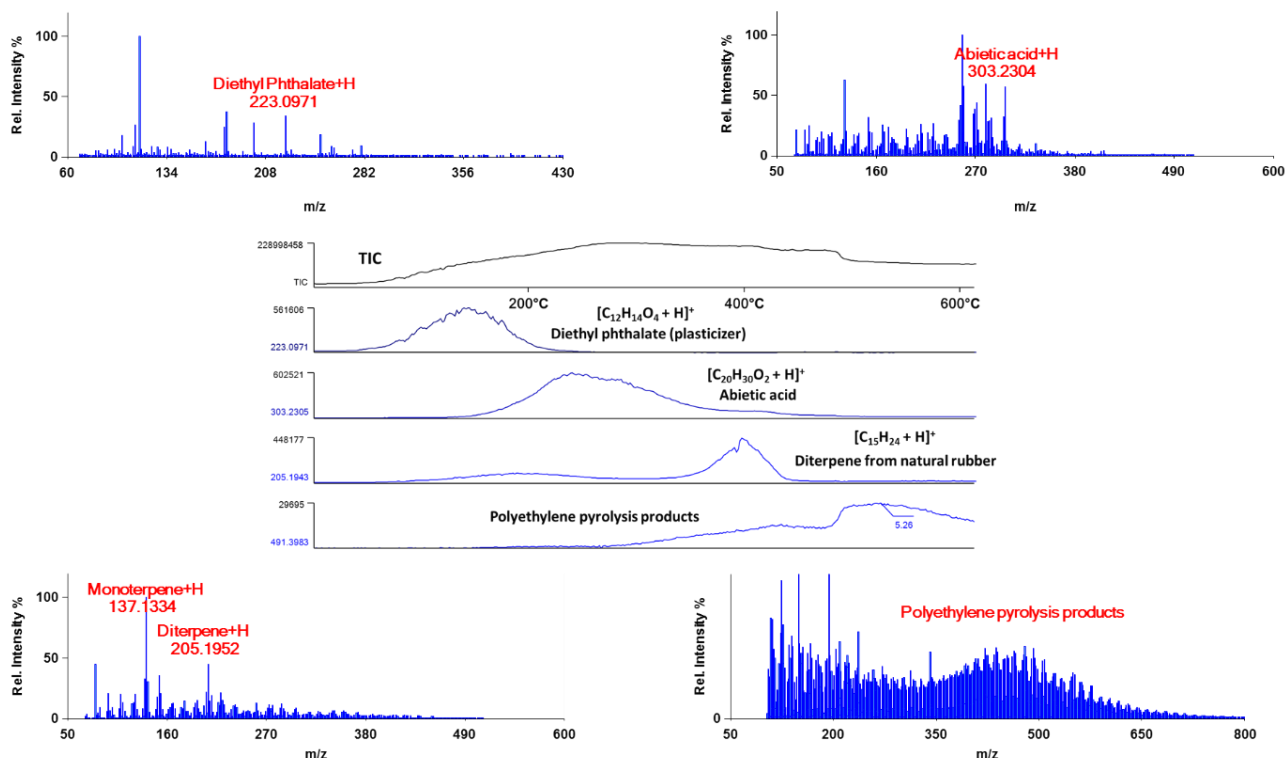


Figure 7. Temperature dependence and mass spectra for selected components.

いくつかの化合物 (例: アビエチン酸 abietic acid) の熱脱離プロファイルはテープ試料間で異なることがわかり、この再現性も確認された。(Figure 8)

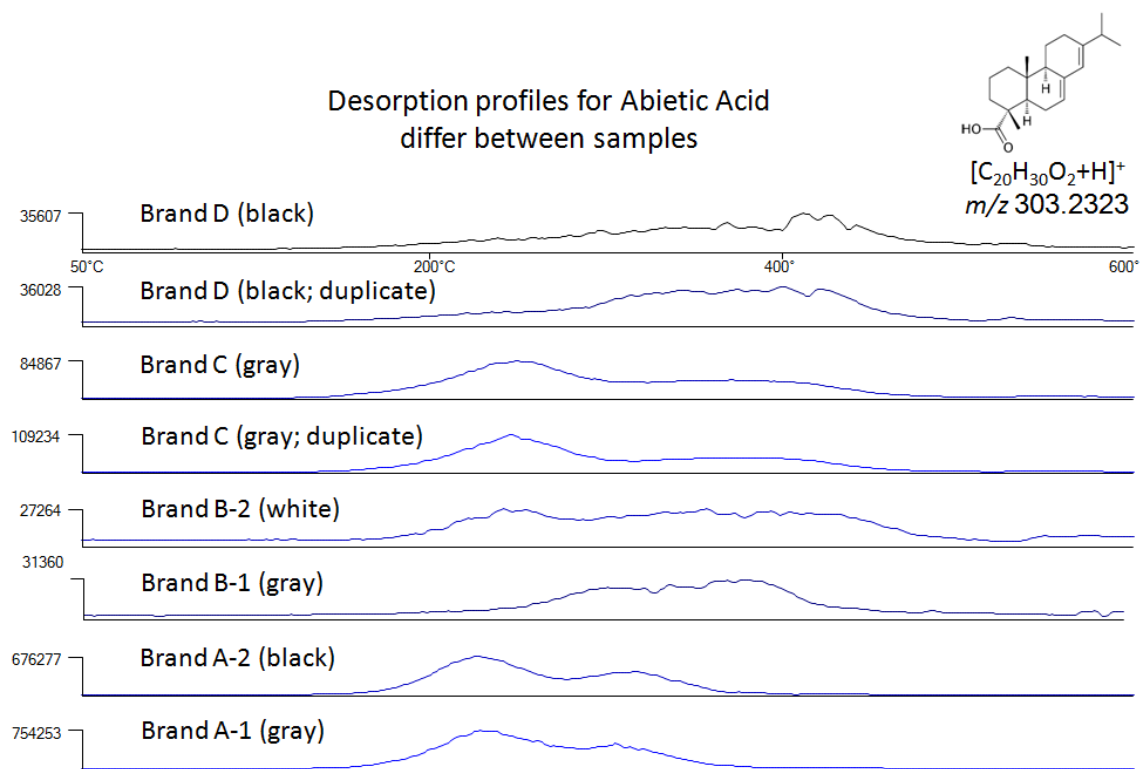


Figure 8. Thermal desorption profiles for abietic acid in different tapes.

Brand Aの2種類のテープ (Brand A-1 (gray) とBrand A-2 (black)) は、熱脱離プロファイル上では殆ど同じだったが、 $m/z$  247.17のピーク (元素組成:  $[C_{16}H_{22}O_2+H]^+$ ) はBrand A-1 (gray) にもみ顕著に検出され、Brand A-2 (black) からは検出されなかったため、これら2種類も明確に識別することができた。(Figure 9)

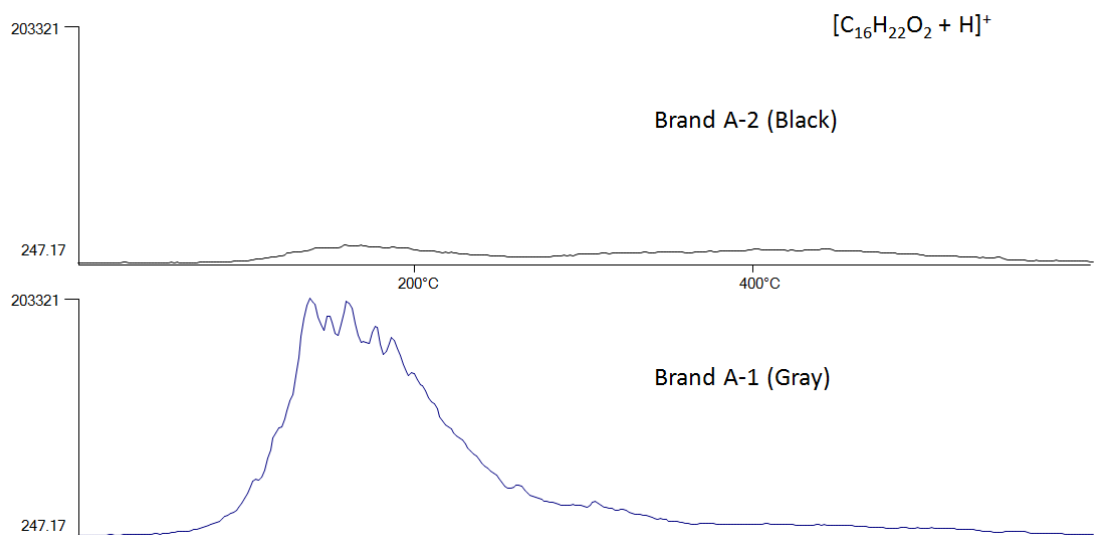


Figure 9. Thermal desorption profiles for peak of  $m/z$  247.17 in same bland tapes.

—蛍光X線分析—

蛍光X線分析により、各テープ試料の元素組成の差異を知ることができる。灰色(gray)のテープはすべて顕著な量のアルミニウムを含んでおり、同様に白い(white)テープは顕著な量のチタンを含んでいた。白色顔料として酸化チタンが使われることが知られていることから、白いテープのチタンはTiO<sub>2</sub>に由来するものを予想される。このように、これらの無機化合物の含有量はテープの着色に使用された顔料に由来することが推察される。6種類のテープの分析結果をTable2に示す。

Table2. Summary of XRF analysis of six duct tapes.

Element	Weight %					
	A-1 (gray)	A-2 (black)	B-1 (gray)	B-2 (white)	C (gray)	D (black)
Al	0.50	0.06	0.50	0.08	0.92	0.02
Si	0.01	0.29	0.32	0.20	0.01	0.01
P		0.01	0.01	0.01		
S		0.02		0.00		0.05
Ca	1.67	3.47	6.63	6.46	0.71	8.21
Ti	0.26	0.51	0.25	2.32	0.59	0.08
Fe	0.01	0.02	0.02	0.02	0.00	0.02

まとめ

バイオクロマト社製ionRocket 熱脱離/熱分解システムとDARTイオン源SVPを装着したJMS-T100LP AccuTOF™ LC-plus 4Gで測定したマススペクトルと熱脱離プロファイルは、6種類のテープ試料の差異を明確に、かつ再現性よく示した。JSX-1000S ElementEye™から得られた蛍光X線データも各テープ試料の差異を明確に示し、この差異がテープの着色に使用される無機顔料に由来することが示唆された。

本誌の記載内容は予告なしに変更することがあります。

Copyright © 2016 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。



本社・昭島製作所

〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL: (042) 543-1111(大代表) FAX: (042) 546-3353  
www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

東京事務所 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル13階  
営業企画室 TEL: 03-6262-3560 FAX: 03-6262-3577

電子光学機器営業推進室 TEL: 03-6262-3567 分析機器営業推進室 TEL: 03-6262-3568  
産業機器営業部 TEL: 03-6262-3570 医用機器ソリューション販売室 TEL: 03-6262-3571

東京支店 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル18階 TEL: 03-6262-3580 FAX: 03-6262-3588

電子光学機器営業グループ TEL: 03-6262-3581 分析機器営業グループ TEL: 03-6262-3582

医用機器営業グループ TEL: 03-6262-3583

東京第二事務所 〒190-0012 東京都立川市曙町2丁目8番3号 新鈴舎ビル9階

半導体機器営業室 TEL: 042-528-3491 ソリューションビジネス部 TEL: 042-526-5098

横浜事務所 〒222-0033 神奈川県横浜市港北区新横浜3丁目6番4号 新横浜総研ビル6階 TEL: 045-474-2181 FAX: 045-474-2180

海外事業所・営業所 Boston, Paris, London, Amsterdam, Stockholm, Sydney, Milan, Singapore, Munich, Beijing, Moscow, Sao Paulo ほか

札幌支店 〒060-0809 北海道札幌市北区北9条西3丁目19番地 ノルテプラザ5階

仙台支店 〒980-0021 宮城県仙台市青葉区中央2丁目2番1号 仙台三菱ビル6階

筑波支店 〒305-0033 茨城県つくば市東新井18番1号

名古屋支店 〒450-0001 愛知県名古屋市中村区那古野1丁目47番1号 名古屋国際センタービル14階

大阪支店 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階

西日本ソリューションセンター 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階

広島支店 〒730-0015 広島県広島市中区橋本町10番6号 広島NSビル5階

高松支店 〒760-0023 香川県高松市海町1-1-12 パシフィックシティ高松5階

福岡支店 〒812-0011 福岡市博多区博多駅前2丁目1番1号 福岡朝日ビル5階

TEL: 011-726-9680 FAX: 011-717-7305

TEL: 022-222-3324 FAX: 022-265-0202

TEL: 029-856-3220 FAX: 029-856-1639

TEL: 052-581-1406 FAX: 052-581-2887

TEL: 06-6304-3941 FAX: 06-6304-7377

TEL: 06-6305-0121 FAX: 06-6305-0105

TEL: 082-221-2500 FAX: 082-221-3611

TEL: 087-821-0053 FAX: 087-822-0709

TEL: 092-411-2381 FAX: 092-473-1649