

黒色ボールペンインクのPy-GC/MSを用いた 異同識別用MSライブラリーの有効性

【背景】 黒色油性ボールペンは日常最も良く使用される筆記用具のひとつであり、鑑識においてその異同識別は重要な意味を持つ。そこで、Py-GC/MS測定で得られたパイログラムより、黒色油性ボールペンインクの異同識別に適するマススペクトル(MS)ライブラリーを構築し、その有効性を検討した。

【方法】 市販の黒色油性ボールペン用芯35種類(9メーカー)により、コピー用紙を塗りつぶし、室温にて1週間放置した。次に、塗りつぶした部分の約5 mm四方を切り抜き、試料カップに採取し、これに50 μ Lのジクロロメタンを添加してインク成分を紙から抽出した。その後、これらの紙を除去し、溶媒をN₂ガスで揮発させた後、550°CのPy-GC/MS測定に供した。さらに、得られたパイログラムから積算合算マススペクトルを算出し、F-Searchを用いてMSライブラリーを構築した。ここでは、任意の1種類のインクを未知試料として、評価に用いた。

【結果】 未知試料と、ライブラリー中の4種類のインクのパイログラムを図1に示す。インクの主成分は、パイログラム上の7分以前のピークに現れているフェノキシエタノール、ジメチルアニリンなどの溶媒成分であり、インクA - Dでほぼ同じクロマトグラムを示したが、顔料や各種添加剤に由来する7分以降の微小なピークでは、インク間で相違が認められた。これらのパイログラム上の全ピークから積算合算して作成したマススペクトル(図2(a))は、主としてフェノキシエタノール由来の m/z 77, 94, 138のイオン強度が強いため、異同識別が困難であった。そこで、7分以前の主成分を除いたマススペクトル(図2(b))を作成したところ、その合致率に有意差が認められ、未知試料を明確にインクCと同一化することができた。以上の結果から、類似成分を有する試料の異同識別において、主成分ピークを除いて構築したMSライブラリーが有効であることがわかった。(* 特許: 3615480)

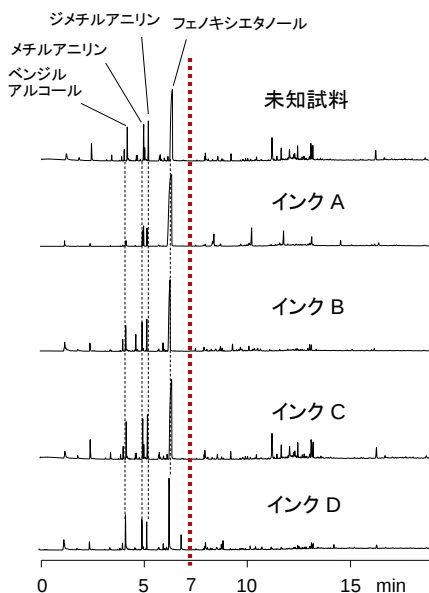
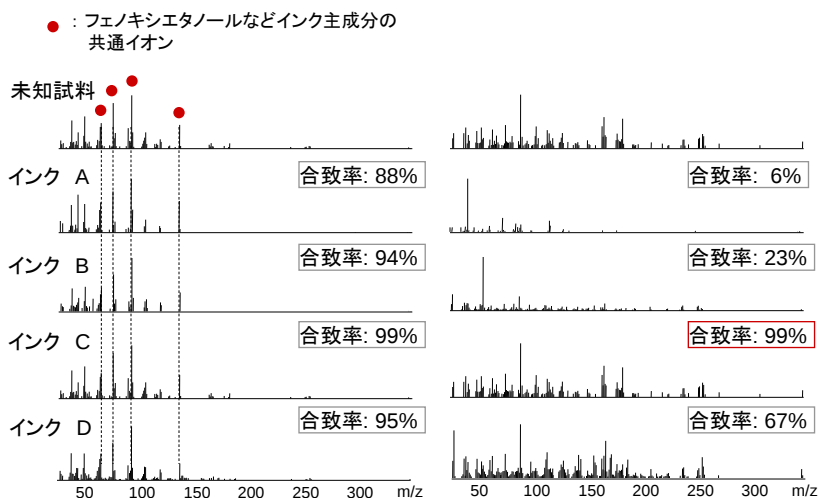


図1 各種黒色油性ボールペン
インクのパイログラム

熱分解温度: 550°C, GCオープン温度: 40 - 300°C (20°C/min), 分離カラム: Ultra ALLOY+5 (5%ジフェニル 95%ジメチルポリシロキサン, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μ m), キャリヤーガス流量: 1 ml/min, He, スプリット比: 1/50, 試料量: 約200 μ g



(a) 全ピークを含むマススペクトル (0 - 20分間) (b) 7分以前のピークを除いて作成したマススペクトル

図2 パイログラム上の全ピークと、7分以前のピークを除いて作成したマススペクトルの比較と検索結果

参考: 渡辺ら 第8回日本鑑識科学技術学会(2002)

Keywords: インク、異同識別、MSライブラリー

使用製品: 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MS アダプター, F-Search

応用分野: 鑑識、印刷

関連テクニカルノート: PYA3-013

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 フロンティア・ラボ株式会社
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
http://www.frontier-lab.com/