

Py-GC/MSシステムを用いた蜜ロウの迅速異同識別

【背景】 鑑識の分野においてPy-GC/MS法は、微量試料で殆ど前処理を必要とせず、迅速測定が可能であることから広く活用されている。マルチショット・パイロライザーを使用すれば瞬間熱分解法に加え、昇温熱分解-ハートカットGC/MS法や発生ガス分析法(EGA)などの分析手法も可能となり、未知試料の組成分析を迅速に行うにあたって種々の選択肢がある。本報では、これらの分析手法を複雑な組成からなる天然試料に応用して、蜜ロウの異同識別を行った例を報告する。

【方法】 蜜ロウ試料には、中国で輸入された2種類の蜜ロウ(CおよびJ)約150 µgを用いた。これは、嵩を増加させる目的で違法に合成ワックスが添加されたと疑問視された試料である。分析システムには、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGCのスプリット注入口に直結したPy-GC/MSシステムを用いた。EGA測定は、不活性化金属キャピラリー(L=2.5 m, id.=0.15 mm)を用いてGC注入口とMSを直結し、GCオープンで300 °Cの一定温度に保ちEGAサーモグラムを得た。Py-GC/MS法によるパイログラムの測定では、金属キャピラリーカラム(Ultra ALLOY+5, L=15 m, id.=0.25 mm, df.=0.1 µm)を使用した。

【結果】 2種類の蜜ロウ試料と合成ワックスのEGA測定を行った結果、Fig. 1に示すように合成ワックスからは100 °Cから300 °Cにかけて、揮発性成分に由来するピークAが観測され、その主成分はマススペクトルから直鎖飽和炭化水素と推定された。一方、各蜜ロウからはピークAのほかに、320 °Cから600 °Cにかけての難揮発性成分に由来するピークBが観測された。ここで、ピークAに対するピークBの面積比は、蜜ロウCでは約0.65であったのに対し蜜ロウJでは約2.3であり、これら二つの蜜ロウの組成が大きく異なることが分かった。さらに、蜜ロウCでは炭化水素を主成分とするピークAの比率が高いことから、合成ワックスが添加されていることが示唆された。次に、各試料のPy-GC/MS測定を行ったところ、Fig. 2に示す様に、合成ワックスからは、炭素数22から36の直鎖の飽和炭化水素が検出された。一方、蜜ロウCおよびJからは、直鎖の飽和炭化水素の他に、炭素数24から36の高級アルコールのパルミチン酸エステルが観測された。各蜜ロウから検出された飽和炭化水素の分布は大きく異なり、蜜ロウJでは炭素数が奇数の成分が主に観測されたのに対し、蜜ロウCでは炭素数が奇数と偶数の成分の割合がほぼ同等であり、合成ワックスと類似した分布を示した。この結果から、蜜ロウCに合成ワックスが添加された可能性が高いことが確認された。以上の結果から、Py-GC/MSシステムを用いると、複雑な組成からなる天然試料なども含めた未知試料の迅速な異同識別が可能であり、鑑識の分野において有効な手法であった。

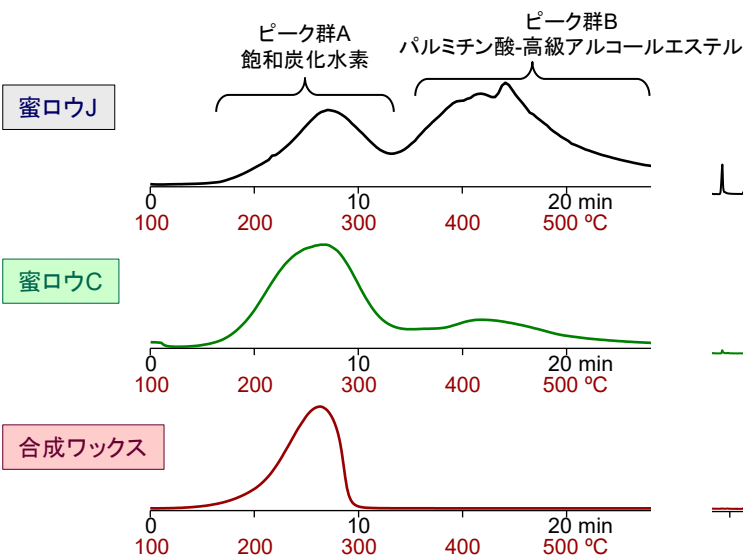


Fig. 1 各試料のEGAサーモグラム
(100 ~ 20 °C/min-600 °C)

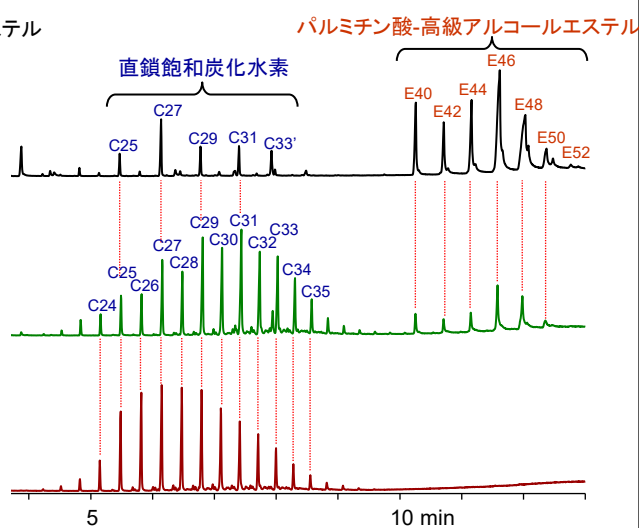


Fig. 2 各試料のパイログラム(400°C)の比較
(加熱炉温度: 600 °C, 試料量: 150 µg)

Ref.: 穂坂明彦ほか, 第19回法科学会

Keywords : 蜜ロウ, 合成ワックス, 異同識別, EGA, Py-GC/MS

使用製品 : 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MS アダプター, 不活性化金属キャピラリーチューブ, UA+-5,

応用分野 : 一般高分子分析, 鑑識

関連テクニカルノート : [PYA3-013](#), [PYA3-016](#)

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
www.frontier-lab.com/jp