

科学捜査のための XAFS 解析によるポリエステル単繊維の異同識別 Discrimination of polyester single fibers for forensic investigation by XAFS technique

西脇芳典

高知大学, 〒780-0932 高知県高知市曙町 2-5-1

Yoshinori NISHIWAKI

Kochi University, 2-5-1 akebono-cho, Kochi, 780-0932, Japan

1 はじめに

単繊維は身近な製品で証拠試料になることが多く、重要な科学捜査試料の1つである。繊維の中でも、ポリエステルは綿と並んで最も使用されており、特に重要である。単繊維の鑑定(分析)は、再鑑定に備えて非破壊で行うことが望まれる。ポリエステル繊維は、重合触媒として Ge、Sb 系化合物を、エステル交換触媒として Li、Na、Mg、Ca、Ti、Mn、Co、Zn 系化合物を含有し、豊富な無機物情報を持つ。その点に申請者が始めて着目し、BL-4A (課題番: 2012P104)において、放射光マイクロビーム蛍光 X 線分析(SR-XRF)を用いたポリエステル単繊維の非破壊異同識別を実施した。その結果、実験室系装置では困難な数 ppm オーダーの触媒由来元素を、非破壊で単繊維から検出することに成功した。しかし、SR-XRF による微量元素情報は有効だが、それでも識別が困難な試料が残された。ポリエステル単繊維に含まれる触媒・染料・艶消剤の化学状態・化合物を決定することができれば、更に高精度な識別ができる可能性がある。そこで本研究では、ポリエステル単繊維に BL-15A1 で利用できる $20\mu\text{m}\times 20\mu\text{m}$ のセミマイクロビーム XAFS 分析を適用し、単繊維含有元素の化学状態分析を行った。本研究の目的は、XAFS により得られる情報が、科学捜査の新しい識別指標になることを示すことである。

2 実験

$5\text{mm}\times 30\text{mm}$ の長方形の穴を空けた 4cm 角の亚克力板に白・赤色ポリエステル単繊維を両面テープで張り付けて保持した。BL-15A1 において、ポリキャピラリー集光で得られた約 $20\mu\text{m}$ の単色 X 線を用いて、単繊維から Sb L-edge、Ti, Cr, Co, Zn, Ge K-edge の蛍光 XANES スペクトルを取得した。標準試料は透過法によって測定した。

なお、これらの単繊維は光学顕微鏡検査・顕微分光・顕微 FT-IR・SEM-EDS 測定を行い、基礎情報を明らかにした上で、XAFS 測定を行った。

3 結果および考察

BL-4A での XRF 測定により、白色繊維から Sb、Ti、Co、Zn、Ge が検出された。単繊維から、3 価と 5 価の酸化アンチモンと良く一致する Sb L 吸収端

XANES スペクトルが得られた。3 価は、重合触媒由来であると推察された。5 価のものはいずれも自動車トランクマットの繊維であり、難燃剤由来であることが示唆された。Ti はいずれもアナターゼ型の二酸化チタンと一致し、艶消剤由来であることがわかった。Co は酢酸コバルトと良く一致し、エステル交換触媒由来であると考えられた。Ge はやや還元された二酸化ゲルマニウムと考えられた[1]。赤色繊維から、XRF により Cr が検出された。図 1 に標準試料と比較した単繊維 A、B の Cr K 吸収端 XANES スペクトルを示す。吸収端位置は 0~3 価の間であり、2 価の可能性が示唆された。3 価で存在することが定説であり、今後 EXAFS 測定を行い、解析して明らかにする必要がある。

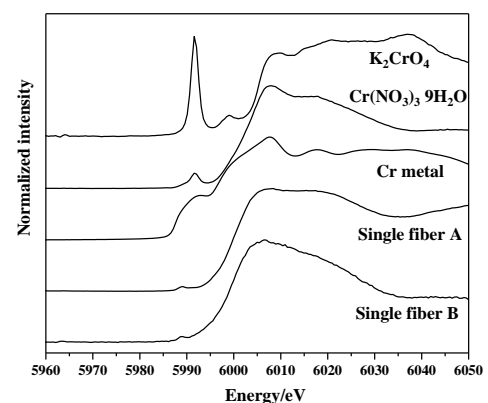


図 1. 単繊維と標準試料の Cr K 吸収端 XANES スペクトルの比較

4 まとめ

BL-15A1 を利用することにより、単繊維から、触媒・染料・艶消剤の情報を取得することに成功した。測定・解析を進め、XRF と XANES スペクトルを組み合わせて単繊維の異同識別力の向上に努めたい。

参考文献

[1] Nishioji, H. et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* 32, 517 (1993).

* nishiwaki@kochi-u.ac.jp