

# 焼損した合成樹脂等の材質を特定する手法に関する検証

水田 亮\*、木田 清春\*\*, 黒田 裕司\*\*\*, 鳥谷 淳\*

## 概 要

火災鑑定業務では、一般に合成樹脂等の材質の特定に、フーリエ変換赤外分光光度計（以下「FT-IR」という。）を用いている。しかし、依頼物件として持ち込まれる合成樹脂の多くは、火災の熱により溶融しているため化学構造が本来の構造から大きく変化している。そのため、FT-IR を用いたライブラリ検索及びスペクトル解析による材質の特定は困難である。そこで本検証は、各種合成樹脂及び繊維（以下「合成樹脂等」という。）を擬似的に焼損させることにより、焼損した合成樹脂等の材質特定に応用することを目的に実施した。

その結果、焼損した合成樹脂等は加熱方法の違いにより特徴的な FT-IR スペクトルが確認でき、これまで識別が困難となっていた焼損物の材質特定に応用できるようになり、より高度な火災鑑定に役立っている。

## 1 はじめに

火災鑑定業務において、火災現場で採取した焼損物の材質を特定するための依頼がある。一般に合成樹脂等の材質の特定は、FT-IR を用いたライブラリ検索及びスペクトル解析により行っている。

身近にある様々な製品には合成樹脂が使用されており、火災鑑定の依頼物件として持ち込まれる合成樹脂の多くは、火災の熱により溶融若しくは炭化しており化学構造が本来の構造から大きく変化していると考えられる。また、近年の衣服等に使用されている繊維は、様々なものが開発又は使用されており、それらが火災の熱を受けた場合にも原形をとどめていないことが考えられる。そのため、従来活用していた FT-IR を用いたライブラリ検索及びスペクトル解析による特定は困難である。

そこで本検証は、火災鑑定業務をより適正に遂行するため、擬似的に焼損させた合成樹脂等の解析手法を確立し、焼損物の材質特定に応用することを目的とする。

## 2 火災鑑定事例

平成 20 年度から平成 24 年度までの 5 年間の FT-IR を使用した火災鑑定の調査した（表 1 に示す）。表 1 より、FT-IR 測定は毎年ある程度の実績があり、未焼損物質で容易に素材を特定できた事例もあれば、未焼損物質でも添加物等の含有混合物のために素材の特定には至らない事例もあった。加熱により物質の化学構造が変化してしまうと、FT-IR の解析のライブラリ検索に適合しな

表 1 火災鑑定での FT-IR の使用実績（件数）

年度	20	21	22	23	24
件数	16	7	7	11	15

いばかりか、それぞれの吸収も解析困難な状況となる。ゆえに、標品を様々な加熱方法により擬似的に焼損させ、加熱後の合成樹脂等の FT-IR スペクトルを収集することで、今後の火災鑑定業務を円滑かつ適正に遂行できると考えられる。

## 3 検証方法

火災鑑定で合成樹脂等の材質の特定を行う際は、主に FT-IR を用いる。実験試料には火災時の熱の影響を考慮し、三つの方法で加熱した試料を用い FT-IR で測定する実験方法とした。以下に実験方法の詳細を示す。

### (1) 試料

試料は合成樹脂（以下「樹脂」という。）を 11 種類、繊維を 5 種類選定した。樹脂は各分野で一般的に使用されているものを選定し、繊維は天然繊維、化学繊維からそれぞれ選定して使用した。それぞれの繊維については、JIS L 0803 に準拠（染色堅ろう度試験用添付白布）した繊維を使用した。各試料及び略号を表 2 に示す。

### (2) 試料のサイズ

樹脂及び繊維（以下「樹脂等」という。）の加熱時の試料サイズは、試験管に入り点火器具で加熱しやすいサイズで厚み 2mm（繊維は除く）、縦横 10mm×20mm とした。

\*危険物質検証課 \*\*国分寺消防署 \*\*\*目黒消防署

### (3) 加熱方法

#### ア 点火器具による加熱

火災鑑定の依頼物件は炭化物が多いため、火災時の火炎に炙られた状態を想定し、火炎で試料を燃焼させた。試料の作成は一定量の火炎を一定時間試料に接触させるため、第2類危険物の判定試験の一つである小ガス炎着火試験を参考とし、表3の条件で加熱した。加熱の状況を図1に示す。

表2 測定試料（樹脂及び繊維）

分類		樹脂名	略号	
1	熱可塑性樹脂	ポリ塩化ビニル（塩ビ）	PVC	
2		ポリエチレン	PE	
3		ポリプロピレン	PP	
4		アクリロニトリルブタジエンスチレン共重合体	ABS	
5		アクリル	PMMA	
6	樹脂	ポリアミド（MCナイロン）	PA	
7		ポリエチレンテレフタレート	PET	
8		ポリカーボネート	PC	
9	熱硬化性樹脂	フェノール樹脂（ベークライト）	PF	
10		シリコーン	SI	
11		ポリウレタン	PUR	
分類			繊維名	
12	天然繊維	種子毛繊維	綿	
13	化学繊維	再生繊維 セルロース系 （銅アンモニアレーヨン）	キュプラ	
14		半合成繊維	セルロース系	アセテート
15		合成繊維	ポリアミド系	ナイロン
16			ポリエステル系	ポリエステル

表3 点火器具による加熱条件

条件	
火炎長	約7cm
火炎接触角度	約30度
炎の接触面積	1cm <sup>2</sup> から2cm <sup>2</sup>
火炎接触時間	60秒

#### イ 電気炉による加熱

火災時の輻射熱等により、加熱され変性した樹脂等を想定して試料を作成した。試料は電気炉を使用し各温度で一定時間加熱することで作成した。加熱温度は、あらかじめ示差熱重量同時測定装置（以下「TG-DTA」という。）により熱分析することで試料の熱的性質を把握し、加熱温度を設定した。熱分析の結果から、合成樹脂は260℃付近から460℃付近の範囲（繊維については330℃付近から420℃付近の範囲）で発熱、重量減少を開始しているため、表4の条件で加熱を行った。加熱の状況を

図2に示す。

表4 電気炉による加熱条件

条件		
加熱時間	10分	
加熱温度	樹脂	200℃、250℃、300℃、350℃、400℃、450℃、500℃
	繊維	250℃、300℃、350℃

#### ウ ブンゼンバーナーによる試験管加熱

この加熱方法は、試料を試験管に入れてブンゼンバーナーで加熱する。熱分解した試料が試験管の側面に付着し、その熱分解物を測定する。表5に加熱の条件を、図3に加熱の状況を示す。

表5 ブンゼンバーナーによる試験管加熱条件

条件	
ブンゼンバーナー火炎高さ	約5cm
試験管サイズ	φ18mm×180mm
試験管の角度	5度から15度



図1 点火器具による加熱状況 図2 電気炉による加熱状況 図3 バーナーによる加熱状況

#### (4) 測定装置及び測定条件

電気炉等による加熱を行う前に、TG-DTA（株式会社リガク製、TG8120）を使用し各樹脂等の熱分析を行った。測定装置はFT-IR（Thermo Fisher SCIENTIFIC 社製、NICHLET iS10）を使用し、各測定条件を表6に示す。

表6 各分析装置の測定条件

TG-DTA		FT-IR	
雰囲気	空気	分解能	4cm <sup>-1</sup>
測定温度	室温～1000℃	スキャン回数	32回
昇温速度	20℃/分	測定方式	ATR 全反射法
参照試料	アルミナ	プリズム	ダイヤモンド
測定容器	白金		
試料量	樹脂1.6～9.65mg		
	繊維0.73～1.23mg		

## 4 検証結果及び考察

### (1) 各樹脂等の熱分析（TG-DTA）

TG-DTA 測定の結果、樹脂の発熱は1回だけの試料もあ

れば2回、3回と発熱する試料もある。また、重量減少は1段階で重量減量率 100%近くまで減少する試料もあれば、2段階で減少する試料もあった。発熱開始温度は260℃付近から 430℃付近である。重量減少開始温度は290℃付近から 460℃付近である。繊維は、アセテートは2回の発熱があり、重量は2段階で減少している。それ以外の繊維は1回の発熱があり、重量は1段階で減少している。発熱開始温度は330℃付近から 420℃付近であり、重量減少温度は340℃付近から 410℃付近である。

## (2) 加熱後の各樹脂等の FT-IR 測定結果

各樹脂等を加熱し、FT-IR の測定結果を以下に示す。

### ア PVC

図4～6に各加熱後の PVC の測定結果を示す。

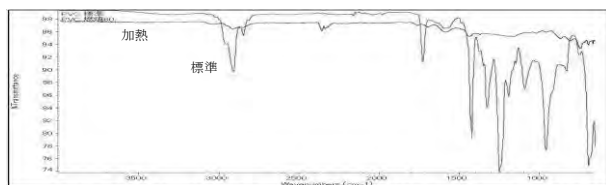


図4 点火器具加熱後の PVC の FT-IR 測定結果

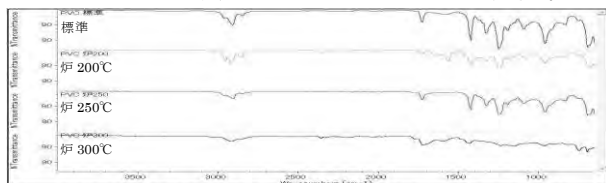


図5 電気炉加熱後の PVC の FT-IR 測定結果

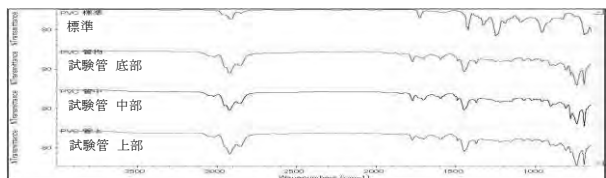


図6 バーナー加熱後の PVC の FT-IR 測定結果

図4より、加熱試料はほとんどの吸収が確認できない。

図5より、炉 200℃の試料では、1570cm<sup>-1</sup> 付近に標準試料よりやや強い吸収がみられたが、炉 250℃では吸収が消失している。炉 300℃はすべての吸収が比較的に弱いので解析は困難であるが、750cm<sup>-1</sup> 付近に他の試料にはない吸収がやや強く確認できる。これは、加熱後の熱分解生成物に由来すると考えられる。

図6より、3050cm<sup>-1</sup>、1600cm<sup>-1</sup>、750cm<sup>-1</sup> 付近に標準試料にはほとんど確認できない吸収が、加熱後の試料には確認できる。標準試料の 1700cm<sup>-1</sup>～1800 cm<sup>-1</sup> の吸収は加熱により違う吸収に変化しているが、新たに分解生成物が生成したためと考えられる。標準試料の 1250cm<sup>-1</sup>、1100cm<sup>-1</sup>、960cm<sup>-1</sup> 付近の吸収は熱分解により消失し、1000cm<sup>-1</sup> 及び 915cm<sup>-1</sup> 付近には微弱なアルケンの C-H 面外変角振動の吸収が確認できる。標準試料にはない 750cm<sup>-1</sup> 付近の強い吸収は、熱分解により試料構造中の C-C 1 結合が変化してできた新たな吸収か又はメチレン

の横ゆれ変角振動と考えられる。

### イ PE

図7～9に各加熱後の PE の測定結果を示す。

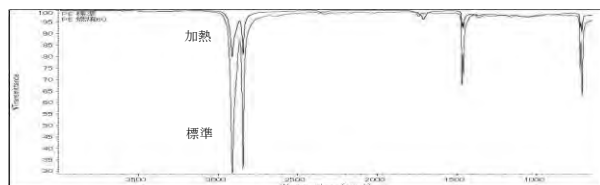


図7 点火器具加熱後の PE の FT-IR 測定結果

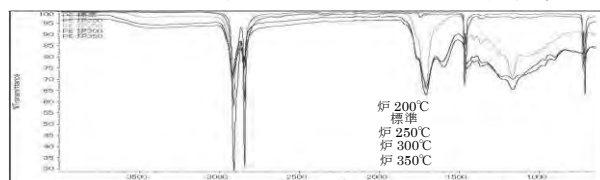


図8 電気炉加熱後の PE の FT-IR 測定結果

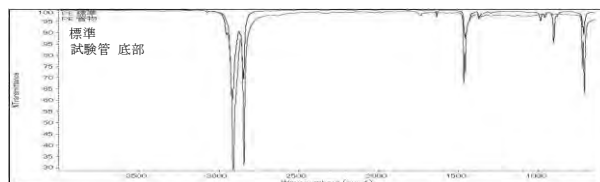


図9 バーナー加熱後の PE の FT-IR 測定結果

図7より、2915cm<sup>-1</sup>、2850cm<sup>-1</sup>、1472cm<sup>-1</sup>、730cm<sup>-1</sup> 及び 718cm<sup>-1</sup> 付近に PE の特徴的な吸収が確認できる。

図8より、炉の加熱試料は、2915cm<sup>-1</sup> 及び 2850cm<sup>-1</sup> 付近の C-H<sub>2</sub> (メチレン) 伸縮振動の吸収がすべて弱く、炉 250℃以降の試料については 1700cm<sup>-1</sup> 付近に強い吸収が現れ、800cm<sup>-1</sup> から 1400cm<sup>-1</sup> までの範囲に新たな吸収が現れている。加熱による主鎖の開裂で種々の炭素数の炭化水素が生成されて極性分子が増加し、1300cm<sup>-1</sup> から 1100cm<sup>-1</sup> の吸収強度が強められたと考えられる。

図9より、加熱試料は 2915cm<sup>-1</sup>、2850cm<sup>-1</sup>、1472cm<sup>-1</sup> 及び 1462cm<sup>-1</sup> 付近の PE に特徴的な吸収が確認できるが、1600cm<sup>-1</sup>、1000cm<sup>-1</sup> 及び 900cm<sup>-1</sup> 付近に標準試料にはない吸収が確認できた。1600cm<sup>-1</sup> 及び 910cm<sup>-1</sup> 付近の吸収は熱分解により発生した末端オレフィンの C=C 二重結合によるものと考えられる。

### ウ PP

図10～12に各加熱後の PP の測定結果を示す。

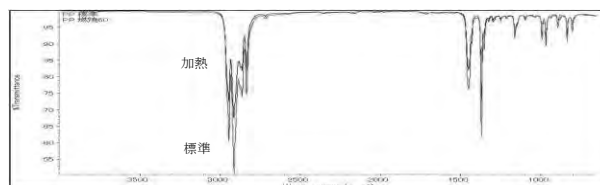


図10 点火器具加熱後の PP の FT-IR 測定結果

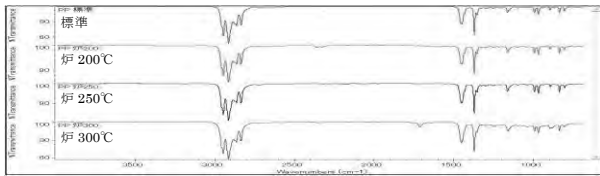


図 11 電気炉加熱後の PP の FT-IR 測定結果

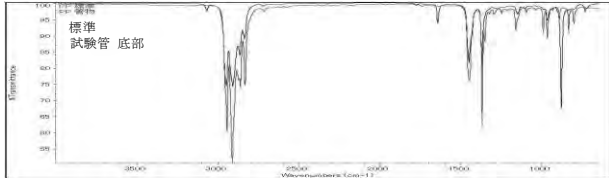


図 12 バーナー加熱後の PP の FT-IR 測定結果

図 10 より、PP の特徴的な吸収では、加熱した試料も同様に確認でき、 $3000\text{cm}^{-1}$  から  $2800\text{cm}^{-1}$  までの吸収強度が相対的に弱い但他的吸収はほとんど変わらない。

図 11 より、炉で加熱した試料は、すべての吸収において標準試料と同じ吸収が確認できるが、炉  $300^\circ\text{C}$  の試料は  $1700\text{cm}^{-1}$  付近にやや強い吸収が確認できた。

図 12 より、PP の特徴的な吸収で  $2950\text{cm}^{-1}$ 、 $2915\text{cm}^{-1}$ 、 $2865\text{cm}^{-1}$ 、 $2840\text{cm}^{-1}$  付近の吸収は加熱した試料も同様に確認できるが、 $3050\text{cm}^{-1}$  付近には標準試料にない吸収が確認できた。これは熱分解により生成したアルケン（若しくは芳香族）の C-H 伸縮振動に由来するものと考えられる。また、 $1650\text{cm}^{-1}$ 、 $880\text{cm}^{-1}$  及び  $730\text{cm}^{-1}$  付近に標準試料にはない吸収が確認できた。 $1600\text{cm}^{-1}$  付近及び  $900\text{cm}^{-1}$  付近の吸収は、熱分解により発生した末端オレフィンの C=C 二重結合によるものと考えられる<sup>1)</sup>。

#### エ ABS

図 13~15 に各加熱後の ABS の測定結果を示す。

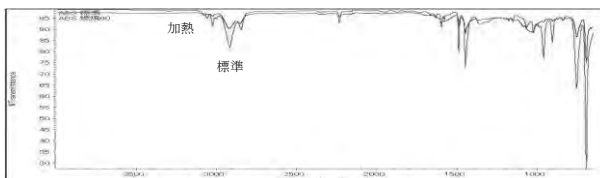


図 13 点火器具加熱後の ABS の FT-IR 測定結果

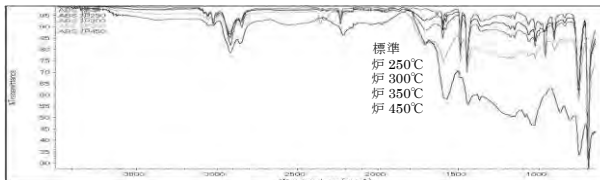


図 14 電気炉加熱後の ABS の FT-IR 測定結果

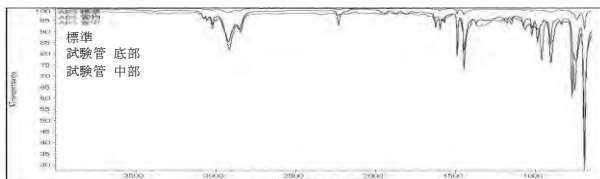


図 15 バーナー加熱後の ABS の FT-IR 測定結果

図 13 より、加熱した試料は黒く炭化しており、うまく吸収が測定されていない。

図 14 より炉で加熱した試料で  $350^\circ\text{C}$  以上の加熱になると黒く炭化するため、すべての吸収はうまく測定されていないが、炉  $300^\circ\text{C}$  以下の加熱ではすべての吸収について ABS の特徴的な吸収が確認でき、識別可能である。炉の加熱により新たに出現又は消失した吸収は特にない。

図 15 より、試験管の中間部分で採取した液状の熱分解生成物は吸収が弱い、試験管下部の加熱後の試料は、ABS の特徴的な吸収が確認できる。 $960\text{cm}^{-1}$  付近の吸収はブタジエンに關係する吸収 (C=C-H 面外変角振動) であるためブタジエン成分の確認時には注意を要する<sup>1)</sup>。オ PMMA

図 16~18 に各加熱後の PMMA の測定結果を示す。

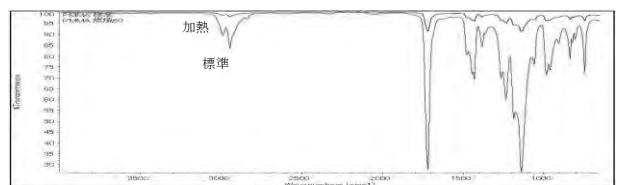


図 16 点火器具加熱後の PMMA の FT-IR 測定結果

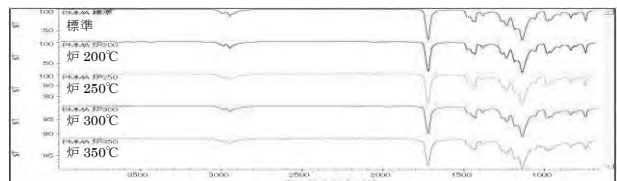


図 17 電気炉加熱後の PMMA の FT-IR 測定結果

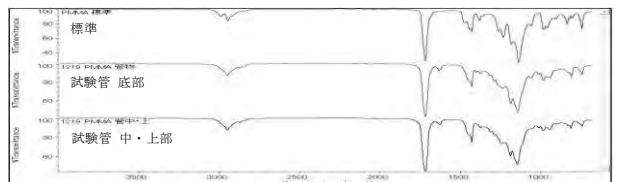


図 18 バーナー加熱後の PMMA の FT-IR 測定結果

図 16 より加熱した試料は吸収の強度はかなり弱い、スケールを大きくするとそれぞれの吸収が標準試料の吸収とほとんど変わらないことが確認できる。

図 17 より、炉  $300^\circ\text{C}$  及び炉  $350^\circ\text{C}$  の結果は、吸収が弱かったがフルスケールに拡大すると、標準試料と同じ吸収が確認できた。

図 18 より標準試料で確認できる PMMA の代表的な吸収のうち、加熱後の試料では  $2995\text{cm}^{-1}$  付近  $\text{C-H}_3$  逆対称伸縮振動の吸収と  $1240\text{cm}^{-1}$  付近エステル C-O-C 逆対称伸縮振動の吸収の強度は弱い、それ以外の吸収は識別が可能である。さらに加熱後の試料には標準試料にはない  $1630\text{cm}^{-1}$  付近の吸収が確認できる。エステル基の種類により側鎖分解を起こしてオレフィン等が生成すると考えられ、 $1600\text{cm}^{-1}$  及び  $900\text{cm}^{-1}$  付近の吸収は、熱分解後の末端オレフィンの C=C 二重結合によるものと考えられる<sup>1)</sup>。

カ PA

図 19～21 に各加熱後の PA の測定結果を示す。

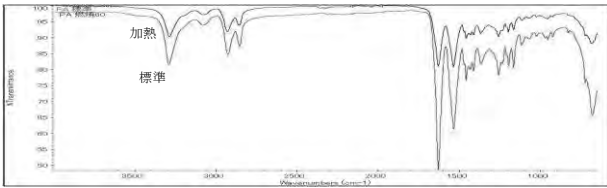


図 19 点火器具加熱後の PA の FT-IR 測定結果

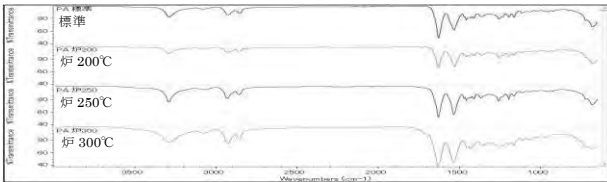


図 20 電気炉加熱後の PA の FT-IR 測定結果

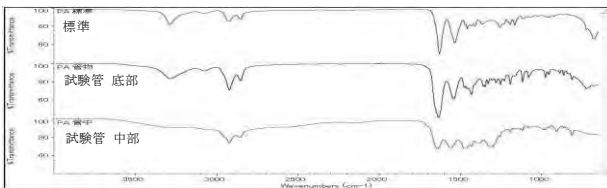


図 21 バーナー加熱後の PA の FT-IR 測定結果

図 19 より、加熱した試料は吸収の強度はやや弱いですが、それぞれの吸収は標準試料の吸収とほとんど変わらないことが確認できる。

図 20 より炉 300°C 以下の加熱ではすべての吸収で PA の特徴的な吸収が確認でき、識別可能である。炉の加熱により新たに出現又は消失した吸収は特にない。

図 21 より、試験管下部の加熱後の試料は、PA の代表的な吸収である 3300cm<sup>-1</sup> 付近の N-H 伸縮振動及び 1650cm<sup>-1</sup> から 1515cm<sup>-1</sup> の強く幅広いアミド基の吸収が確認できる。試験管中部の加熱後の液状試料の吸収は 3300cm<sup>-1</sup> 付近 N-H 伸縮振動の吸収と 685cm<sup>-1</sup> 付近の N-H 面外 (縦ゆれ) 変角振動の吸収も確認できず、全体的に幅広い吸収となり PA の解析が困難である。

キ PET

図 22～24 に各加熱後の PET の測定結果を示す。

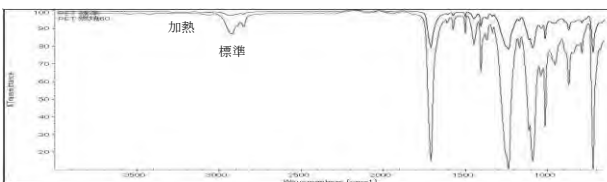


図 22 点火器具加熱後の PET の FT-IR 測定結果

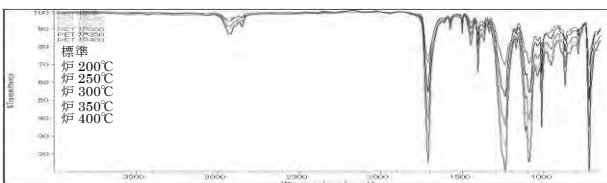


図 23 電気炉加熱後の PET の FT-IR 測定結果

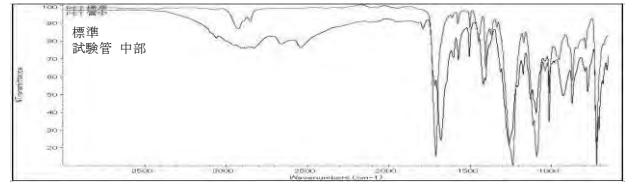


図 24 バーナー加熱後の PET の FT-IR 測定結果

図 22 より加熱した試料は吸収の強度はやや弱いですが、それぞれの吸収は標準試料の吸収とほとんど変わらない。

図 23 より、炉 400°C 以下の加熱ではすべての吸収で PET の特徴的な吸収が確認できる。炉の加熱により新たに出現また消失した吸収は特になかった。黒く炭化しない程度 (350°C 以下) の加熱後の試料は識別可能である。

図 24 より、試験管中部の加熱後の試料は、PET の特徴的な吸収がすべて確認でき識別は可能であるが、3500cm<sup>-1</sup> から 2000cm<sup>-1</sup> の領域が幅広くなっている。標準試料にはない吸収が 2800cm<sup>-1</sup> から 2500cm<sup>-1</sup> の領域に 2 つ、1770cm<sup>-1</sup> 付近に 1 つ確認できる。2830cm<sup>-1</sup> から 2695cm<sup>-1</sup> の領域にアルデヒド性 C-H 伸縮振動の吸収が 2 つ、1740cm<sup>-1</sup> から 1720cm<sup>-1</sup> 付近にカルボニル基 (C=O 伸縮振動) が確認されるので熱分解生成物としてアルデヒドの出現が考えられる。

ク PC

図 25～27 に各加熱後の PC の測定結果を示す。

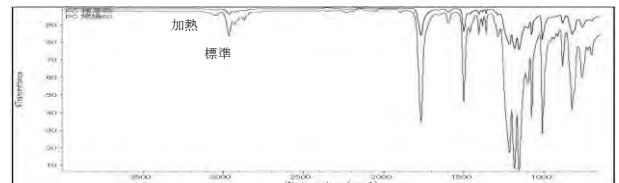


図 25 点火器具加熱後の PC の FT-IR 測定結果

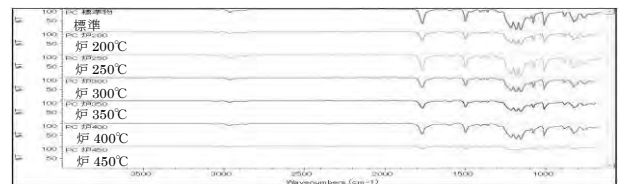


図 26 電気炉加熱後の PC の FT-IR 測定結果

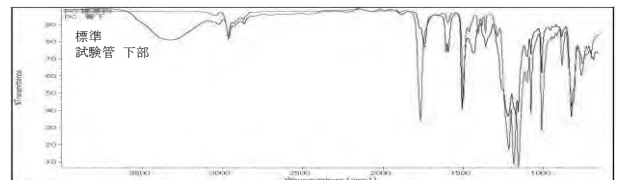


図 27 バーナー加熱後の PC の FT-IR 測定結果

図 25 より加熱した試料は吸収の強度はやや弱いですが、それぞれの吸収は標準試料の吸収とほとんど変わらない。

図 26 より、炉 450°C 以下の加熱では PC の特徴的な吸収が確認でき識別可能である。炉の加熱により新たに出現また消失した吸収は特になかった。

図 27 より、試験管下部の加熱後の試料は、PC の特徴

的な吸収をすべて確認でき識別は可能であるが、標準試料にはない吸収が  $3600\text{cm}^{-1}$  から  $3100\text{cm}^{-1}$  の領域と、 $1450\text{cm}^{-1}$  から  $1300\text{cm}^{-1}$  の領域に2つ確認できる。加熱後の試料は  $1770\text{cm}^{-1}$  付近の  $\text{C}=\text{O}$  伸縮振動の吸収及び  $1250\text{cm}^{-1}$  から  $1150\text{cm}^{-1}$  の領域のエステル関係の吸収強度が弱くなり、 $3040\text{cm}^{-1}$ 、 $1600\text{cm}^{-1}$  及び  $1505\text{cm}^{-1}$  付近のフェニル基に関する吸収の強度は変化なく強い。熱分解生成物としてビスフェノールAに関する吸収が強く確認できた<sup>2)</sup>。エポキシ樹脂も同様の吸収が出現するので、両者の識別が困難になることが予想される。

ケ PF

図 28～30 に各加熱後の PF の測定結果を示す。

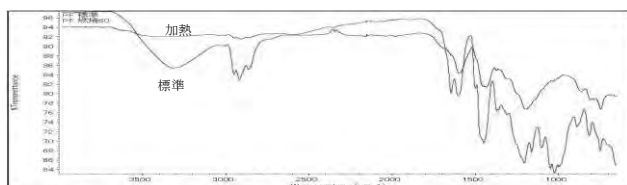


図 28 点火器具加熱後の PF の FT-IR 測定結果

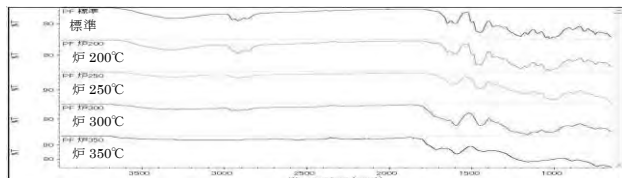


図 29 電気炉加熱後の PF の FT-IR 測定結果

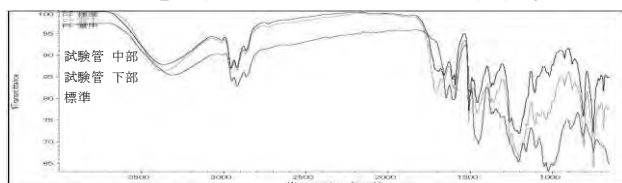


図 30 バーナー加熱後の PF の FT-IR 測定結果

図 28 より、加熱した試料は PF の特徴的な吸収をいくつか確認できるが全体的に吸収は緩やかに幅広くなり、解析が困難であると考えられる。

図 29 より、炉  $350^{\circ}\text{C}$  の試料は黒く炭化して全体的に吸収は緩やかに幅広く、識別は困難である。炉  $200^{\circ}\text{C}$  までの試料は、PF の特徴的なすべての吸収が強く確認できるが、それ他の試料は、 $3600\text{cm}^{-1}$  から  $2700\text{cm}^{-1}$  の領域の吸収強度が高温度加熱になるほど弱くなっている。標準試料の  $1300\text{cm}^{-1}$  から  $900\text{cm}^{-1}$  の領域の2つの吸収は幅広くなり、解析が困難である。

図 30 より、試験管下部及び中部の加熱後の試料は、PF の特徴的な吸収をすべて確認でき、識別可能である。 $1300\text{cm}^{-1}$  から  $900\text{cm}^{-1}$  の領域にはっきりと2つの吸収帯があったが高温度加熱になるほど吸収は緩やかに幅広くなる。標準試料では微弱であったフェニル基に関する  $3040\text{cm}^{-1}$  付近の  $\text{C}-\text{H}$  伸縮振動の吸収が熱分解によってはっきりと確認できる。

コ SI

図 31～33 に各加熱後の SI の測定結果を示す。

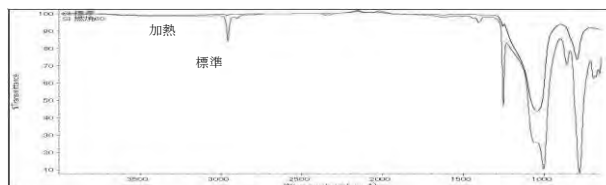


図 31 点火器具加熱後の SI の FT-IR 測定結果

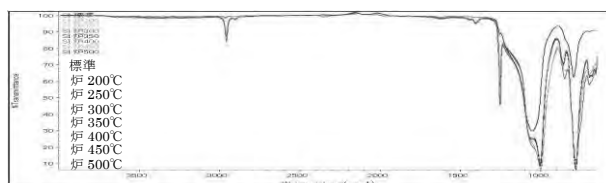


図 32 電気炉加熱後の SI の FT-IR 測定結果

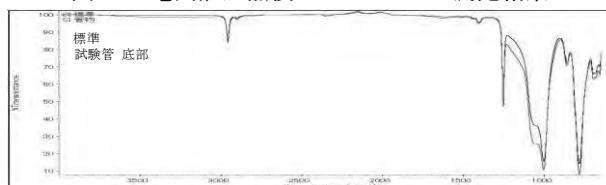


図 33 バーナー加熱後の SI の FT-IR 測定結果

図 31 より、加熱試料の吸収は全体的に強度が微弱となっており、加熱により熱分解したと考えられる。

図 32 より、炉  $500^{\circ}\text{C}$  以外の試料は SI の特徴的なすべての吸収が強く観察でき、炉  $500^{\circ}\text{C}$  は全体的に強度が微弱となっている。

図 33 より、加熱後の試料の吸収は SI の特徴的な吸収をすべて確認でき、ほとんど標準と変わらない。ゆえに、SI は非常に熱に強く、構造もほとんど変化しない樹脂であることがわかる。

サ PUR

図 34～36 に各加熱後の PUR の測定結果を示す。

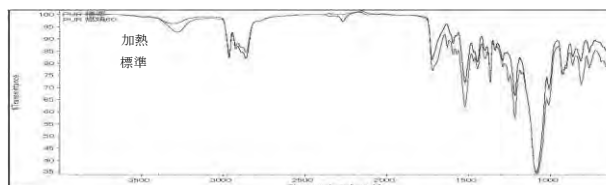


図 34 点火器具加熱後の PUR の FT-IR 測定結果

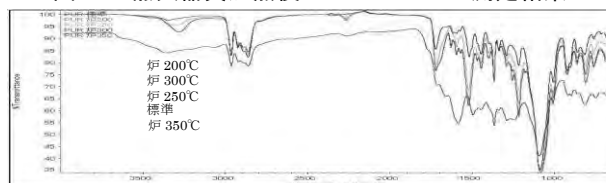


図 35 電気炉加熱後の PUR の FT-IR 測定結果

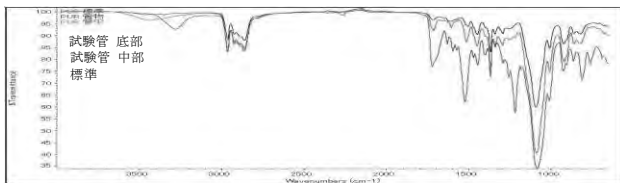


図 36 バーナー加熱後の PUR の FT-IR 測定結果

図 34 より、加熱した試料は標準試料の PUR の吸収とほとんど変わらない。相対的に  $3288\text{cm}^{-1}$  付近の N-H 伸縮振動の吸収はやや弱い強度が確認できる。

図 35 より、炉  $350^\circ\text{C}$  の試料は全体的に吸収は緩やかに幅広くなり、PUR は識別困難である。その他の試料は、PUR の特徴的な吸収が強く確認できるが、 $3288\text{cm}^{-1}$  付近の N-H 伸縮振動の吸収はやや弱い強度である。

図 36 より、加熱後の試料は標準試料と比較すると、PUR の特徴的な  $3288\text{cm}^{-1}$ 、 $1725\text{cm}^{-1}$ 、 $1525\text{cm}^{-1}$  及び  $1220\text{cm}^{-1}$  付近の吸収が熱分解により弱くなっている。

### シ 綿

図 37~39 に各加熱後の綿の測定結果を示す。

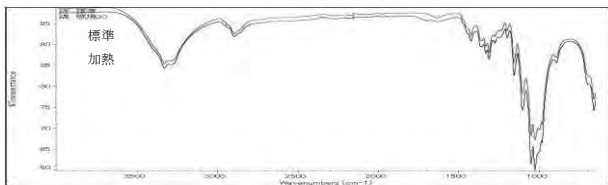


図 37 点火器具加熱後の綿の FT-IR 測定結果

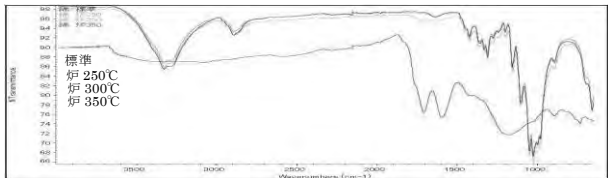


図 38 電気炉加熱後の綿の FT-IR 測定結果

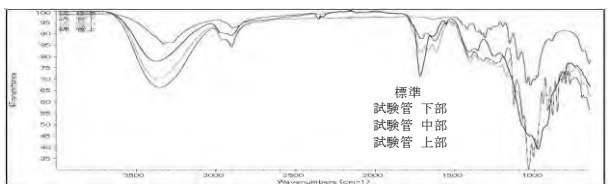


図 39 バーナー加熱後の綿の FT-IR 測定結果

図 37 より、加熱した試料は標準試料の吸収とほとんど変わらず、綿の特徴的な吸収はすべて確認できた。

図 38 より、炉  $350^\circ\text{C}$  の試料は黒く炭化して全体的に吸収は緩やかに幅広くなり、綿の識別は困難である。その他の試料は、綿の特徴的なすべての吸収が強く確認できるが、炉  $300^\circ\text{C}$  及び炉  $350^\circ\text{C}$  の試料は、 $1640\text{cm}^{-1}$  付近に標準綿で一つであった吸収が二つ確認できる。

図 39 より、全体的に吸収は緩やかに幅広く、綿の識別は困難である。加熱後の試料は標準綿にはない吸収を確認できる。標準綿に存在した  $1640\text{cm}^{-1}$  付近にある一つの吸収が、管下試料では二つに、管中試料では三つに、

管上試料では  $1700\text{cm}^{-1}$  付近に強い吸収へとシフトしている。この付近の吸収は熱分解で結晶構造が崩れたか、若しくは新たに分解生成物が生成したために強度が大に、若しくは新たな吸収が出現したと考えられる。標準試料に確認できた  $1300\text{cm}^{-1}$  付近にあった強い吸収は加熱後試料で確認できないが、この付近の吸収が物理的または化学的に影響を受けやすく、吸収が消失したと考えられる。

ス キュプラ

図 40~42 に各加熱後のキュプラの測定結果を示す。

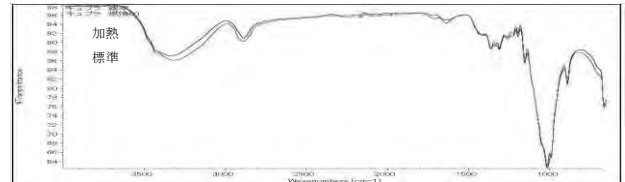


図 40 点火器具加熱後のキュプラの FT-IR 測定結果

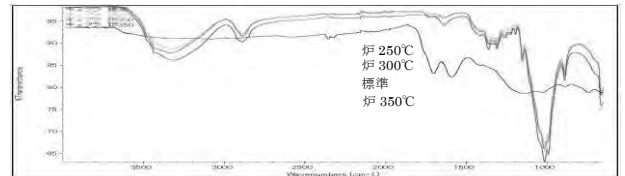


図 41 電気炉加熱後のキュプラの FT-IR 測定結果

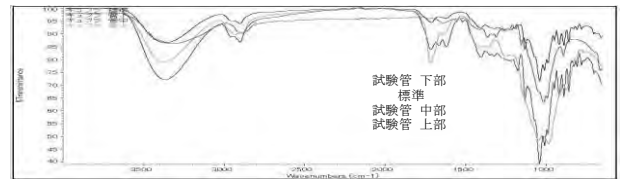


図 42 バーナー加熱後のキュプラの FT-IR 測定結果

図 40 より、加熱した試料は標準試料の吸収帯とほとんど変わらず、特徴的な吸収はすべて確認できた。

図 41 より、炉  $350^\circ\text{C}$  の試料は黒く炭化して全体的に吸収は緩やかに幅広くなり、キュプラの識別は困難である。その他の試料は、キュプラの特徴的なすべての吸収が強く確認できるが、炉  $300^\circ\text{C}$  及び炉  $350^\circ\text{C}$  の試料は標準試料にはない吸収が  $1640\text{cm}^{-1}$  付近に確認できる。

図 42 より全体的に吸収は緩やかに幅広く、キュプラの識別は困難である。加熱後の試料は、標準試料と比較して特徴的な吸収が強く観察できるが、標準試料にはない吸収が確認でき、 $1640\text{cm}^{-1}$  付近にあった一つの吸収が、管下試料では二つに、管中試料では三つに、管上試料では  $1700\text{cm}^{-1}$  付近に強い吸収へとシフトしている。これは、熱分解で結晶構造が崩れたか、若しくは新たに分解生成物が生成したために強度が大に、若しくは新たな吸収が出現したと考えられる。また、標準試料に確認できた  $1300\text{cm}^{-1}$  付近にあった強い吸収は加熱後試料には確認できないが、この付近の吸収が物理的または化学的に影響をうけやすく、吸収が消失したと考えられる。

セ アセテート

図 43～45 に各加熱後のアセテートの測定結果を示す。

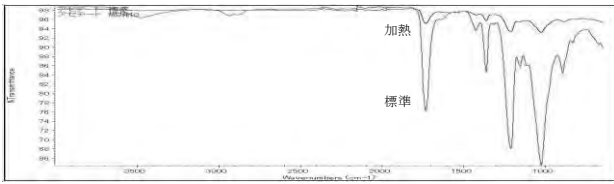


図 43 点火器具加熱後のアセテートの FT-IR 測定結果

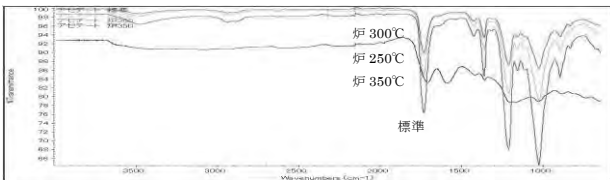


図 44 電気炉加熱後のアセテートの FT-IR 測定結果

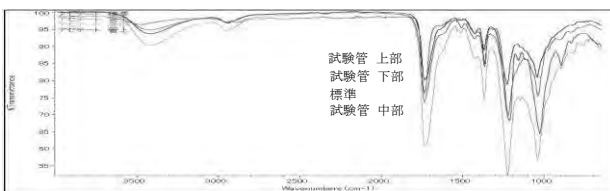


図 45 バーナー加熱後のアセテートの FT-IR 測定結果

図 43 より、加熱した試料はすべての吸収において、強度が弱く吸収が緩やかだが、フルスケールにすると特徴的な吸収はすべて確認できるため識別は可能である。

図 44 より、炉 350℃の吸収は全体的に緩やかに幅広く、アセテートの識別は困難である。その他の試料は、アセテートの特徴的なすべての吸収が強く確認できるが、炉 350℃の試料は標準試料にはない吸収が確認でき、1640cm<sup>-1</sup> 付近にあった一つの吸収が二つにシフトしている。

図 45 より、加熱後の試料は、標準試料と比較して、アセテートの特徴的な吸収が強く観察できるが、標準試料に存在した 900cm<sup>-1</sup> 付近の吸収が消失している。

ソ ナイロン

図 46～48 に各加熱後のナイロンの測定結果を示す。

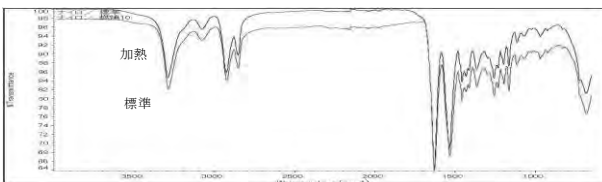


図 46 点火器具加熱後のナイロンの FT-IR 測定結果

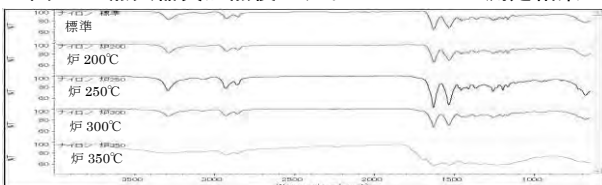


図 47 電気炉加熱後のナイロンの FT-IR 測定結果

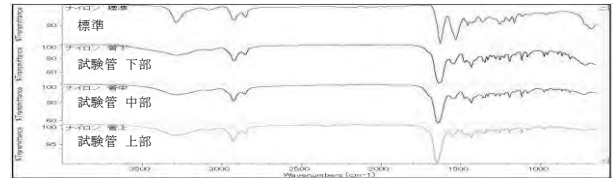


図 48 バーナー加熱後のナイロンの FT-IR 測定結果

図 46 より加熱した試料は吸収の強度はやや弱いですが、標準試料の吸収とほとんど変わらず、識別可能である。

図 47 より、炉 300℃及び炉 350℃は、加熱後の試料は黒く炭化して縮み、炉 350℃は吸収が全体的にブロードしておりナイロンの識別が困難である。炉 300℃以下ではすべての吸収でナイロンの特徴的な吸収が測定でき、識別可能である。炉の加熱により新たに出現又は消失した吸収は特にない。

図 48 より、試験管下部、中部及び上部の加熱後の試料はナイロンの特徴的な 3300cm<sup>-1</sup> 付近の吸収 (N-H 伸縮振動) は幅広くなっている。1650cm<sup>-1</sup> から 1515cm<sup>-1</sup> に強く確認できる二つのアミド基の吸収 (C=O 伸縮振動及び N-H 変角振動) の内、NH 変角振動の吸収が弱くなり、さらに 687cm<sup>-1</sup> 付近の吸収 (N-H 変角振動) も弱く幅広いが、ナイロンの識別は可能である。

タ ポリエステル

図 49～51 に各加熱後のポリエステル測定結果を示す。

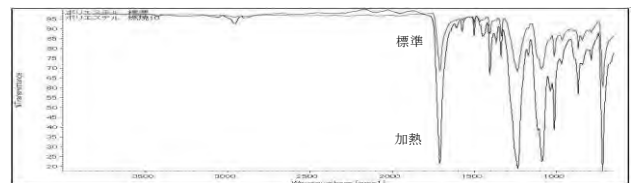


図 49 点火器具加熱後のポリエステルの FT-IR 測定結果

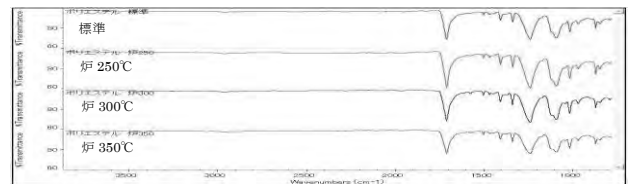


図 50 電気炉加熱後のポリエステルの FT-IR 測定結果

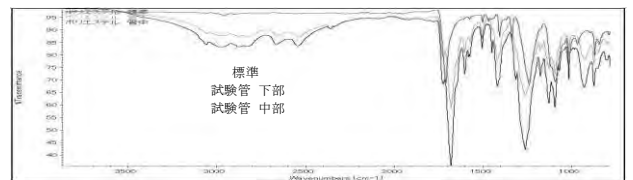


図 51 バーナー加熱後のポリエステルの FT-IR 測定結果

図 49 より加熱した試料は吸収強度が強く、標準試料の吸収とほとんど変わらず、識別可能である。

図 50 より、吸収の強度は若干違うがポリエステルの特徴的な吸収を確認でき、炉の加熱により新たに出現又は消失した吸収は特になく、識別は可能である。

図 51 より、試験管下部及び中部の加熱後の試料の吸



収は、ポリエステルの特徴的な吸収はすべて確認でき識別は可能であるが、 $3500\text{cm}^{-1}$  から  $2000\text{cm}^{-1}$  の領域で吸収が大きく幅広くなっている。標準試料にはない吸収が  $2800\text{cm}^{-1}$  から  $2500\text{cm}^{-1}$  の領域に 2 つ、 $1600\text{cm}^{-1}$ 、 $1200\text{cm}^{-1}$  及び  $950\text{cm}^{-1}$  付近にも確認できる。アルデヒド等の熱分解生成物が生成されることで新たな吸収帯が出現したと考えられる。

## 5 まとめ

- (1) 点火器具により加熱した試料を FT-IR で測定した結果、標準試料と比較すると赤外の吸収は大半が弱くなるが、それぞれの標準試料の特徴的な吸収は確認できた。ほとんどの試料は標準試料と加熱後試料の識別が可能だが、一部の試料 (PVC、ABS) では、試料の状態により解析不能の結果となった。PF は一部の吸収が消滅した。
- (2) 電気炉により加熱した試料を FT-IR で測定した結果、加熱温度が高い試料ほど各吸収が幅広くなり、識別が難しくなる。しかし、電気炉  $300^{\circ}\text{C}$  以下の加熱試料は、ほとんどの試料は標準試料との識別が可能となったが、新しい吸収ができる試料 (PVC、PE、綿、アセテート等) や、いくつかの吸収が消滅する試料 (PE、PUR 等) があり、識別が困難になる場合がある。
- (3) ブンゼンバーナーにより試験管加熱した試料を FT-IR で測定した結果、熱分解生成物と考えられる新しい吸収が現れる試料 (PVC、PE、PMMA、綿、アセテート等) が多数あり、吸収が消滅する試料も多数あったため、識別が困難になる場合がある。

## 6 おわりに

擬似的に焼損させた合成樹脂等を FT-IR で測定したデータを蓄積することで、これまで識別が困難となっていた実火災における焼損物の材質特定に応用することが可能となった。

### [参考文献]

- 1) 藤沢 健：ガラス細管内で生成したプラスチック熱分解物の赤外分析による定性評価、長野県工技センター研報、No. 1、p. M6-M9、2006
- 2) 荒木峻他訳：有機化合物のスペクトルによる同定法 (第 7 版)、東京化学同人、2006