



## エマルジョン爆薬の爆発残さの分析

\*雲岡義雄, \*\* Alexander D. Beveridge

3種類のエマルジョン爆薬をステンレス鋼板上で爆発させ、その爆発残さを分析した。鋼板の一部をn-ペンタンで、残りをジエチルエーテルで洗浄し、その後鋼板全体をアセトンと水で洗浄した。有機溶媒の洗浄液は、濃縮後GC-FIDで分析した。パラフィンを多量に含有するエマルジョン爆薬の爆発残さのn-ペンタン及びジエチルエーテル抽出物からは、パラフィンのピークが認められた。潤滑油類については、それらと類似するガスクロマトグラムが得られなかった。水抽出液をICで分析したところ、全ての水抽出液から硝酸イオンが分析された。アンモニウムイオンはナトリウムイオンのピークに続いて溶出され、水抽出物中には相対的に多量のナトリウムイオンが存在したので、微量のアンモニウムイオンを検出することは難しく、一試料から痕跡量のアンモニウムイオンが検出された。過塩素酸ナトリウムを含有するエマルジョン爆薬の爆発残さ中には、多量の塩化ナトリウムが存在するので、その水抽出物からはアンモニウムイオンが検出されなかったが、アセトン洗浄液を蒸発乾固後、水で抽出した水溶液からアンモニウムイオンが検出された。

### 1. 緒言

爆発残さの分析は、法化学において重要なテーマの一つである。分析機器の進歩に応じて、火薬類に特異的な成分についての新しい分析手法が開発され、実用化されてきた<sup>1)</sup>。

多くの火薬類、特に高性能爆薬は、硝酸エステルやニトロ化合物をその主成分として含有している。火薬類に使用される硝酸エステルやニトロ化合物は、日常生活において使用されることが少ないので、これらの物質が爆発現場において検出されると、火薬類が爆発したと推定される。熱エネルギー検出器(以下TEAと略記)はこれらの物質を特異的にかつ超高感度に検出するので、TEAをガスクロマトグラフ(以下GCと略記)や高速液体クロマトグラフ(HPLC)に接続して使用することにより、極微量のこれらの火薬類を比較的

に容易に分析できる。

エマルジョン爆薬は、硝酸アンモニウムを主とする酸化剤の水溶液、油類、界面活性剤及びマイクロバルーンなどから構成される爆薬である。マイクロバルーンは特異的な物質であるが、爆発残さ中からガラスマイクロバルーンが発見されることは希であり、微量の界面活性剤を抽出・分析することは困難な現状である。硝酸イオン等の無機イオンはイオンクロマトグラフ(以下ICと略記)で、油類は水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ(以下GC-FIDと略記)で分析される。

本研究では、3種類のエマルジョン爆薬の爆発残さについて、Fig. 1に示すスキームに従って分析した。このスキームは、エマルジョン爆薬に含有されている油類を分析するために、n-ペンタンによる抽出操作を付け加えたものである。ニトログリセリンやTNTはジエチルエーテル抽出操作で、ヘキソゲン等はアセトン抽出操作で、硝酸塩や過塩素酸塩等は水抽出操作で抽出される。溶媒を蒸発乾固して得られた抽出物については、赤外吸収スペクトル(IR)やX線回折図(XRF)を測定する。無機固形物については、走査型電子顕微鏡(以下SEMと略記)を用いて二次電子像による形態観察をするとともに、試料から発生する特性X線を付属のエネルギー分散型検出器(以下EDXと略

1996年10月4日

\*科学警察研究所

〒102 千代田区三番町6番地

TEL 03-3261-9986

FAX 03-3221-1245

\*\*Forensic Laboratory Vancouver, Royal Canadian Mounted Police

5201 Heather Street, Vancouver, British Columbia, V5Z 3L7, Canada

TEL +1-604-264-3461

FAX +1-604-264-3499

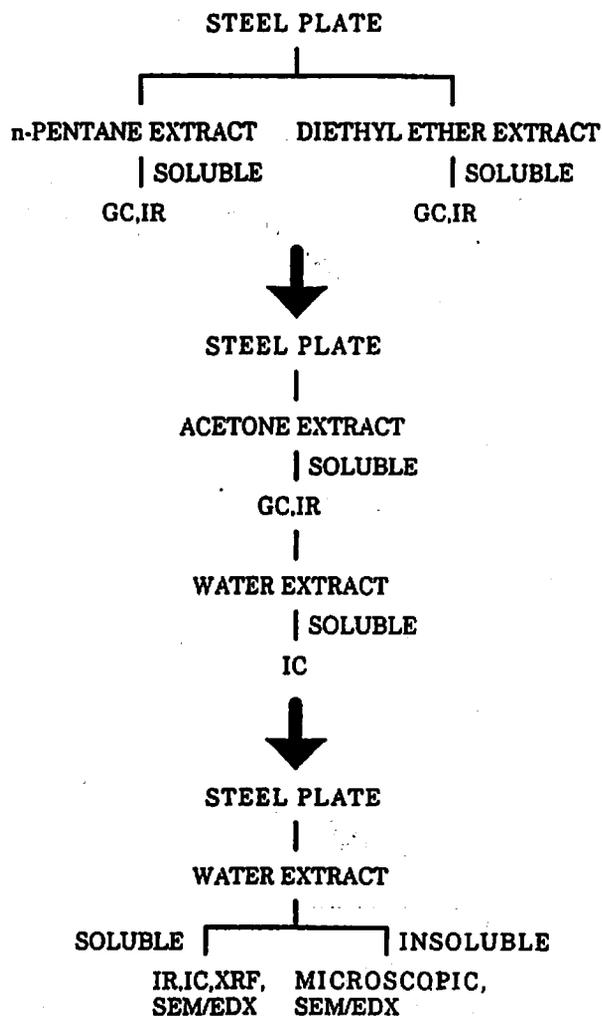


Fig. 1 Scheme for the chemical analysis of post explosion residues

記)で解析し元素分析を行う。

## 2. 実験

### 2.1 試薬及び爆薬

ペンタン、ジエチルエーテル及びアセトンは試薬スペクトル級を、純水はイオン交換水を用いた。エマルジョン爆薬は、POWERMAX 140 (ICI), DYNOSL PLUS (DYNO), EMULEX 710 (AUSTIN) の3種類を用いた。

### 2.2 爆発実験

POWERMAX 140は約450 g, DYNOSL PLUSは約910 g, EMULEX 710は約230 g使用した。直径60 cm, 長さ80 cmの鋼管中にステンレス鋼板を敷き、その上にエマルジョン爆薬を角材などとともに置き電気雷管で起爆した。起爆後、ステンレス鋼板を回収し、爆発残さ分析の試料とした。なお、ステンレス鋼板の大きさは、POWERMAX 140とEMULEX 710については45 cm × 30 cm, DYNOSL PLUSについては23 cm × 23 cmであり、ペンタンと純水で洗浄したものを使用した。

### 2.3 爆発残さの分析

磁製皿中でステンレス鋼板の半分をn-ペンタンを繰り返し滴下し、n-ペンタン可溶成分を抽出した。同様に、残りの半分についてジエチルエーテル抽出した。ステンレス鋼板を乾燥後、アセトン抽出した。再度ステンレス鋼板を乾燥後、水抽出した。有機溶媒の抽出液については、濃縮後、GC-FIDで分析した。アセトン抽出物については、蒸発乾固後、水抽出したものをICで分析した。水抽出液については、アクロディスク LC 13 PVDF (ゲルマンサイエンス) でろ過後、ICで分析し、さらに蒸発乾固したものについてSEM/EDXで元素分析を行った。

測定に用いた分析装置及び分析条件は、以下の通りである。

	GC
装置	: Varian 3700
カラム	: DB 1, 0.32 mm I. D., 30 m, 25 μm (J & W)
キャリアーガス	: He 2 mL/min
注入モード	: スプリット (30:1)
注入口温度	: 300 °C
検出器	: FID
検出器温度	: 300 °C
カラム温度	: 150 °C (1分), 12 °C/分, 300 °C (11分)

	IC
装置	: DIONEX 2010i
検出器	: 伝導度検出器 陽イオン分析条件
分析カラム	: IONPAC CS3
ガードカラム	: CG3
溶離液	: 15 mM 塩酸 / 0.3 mM ジアミノプロピオン酸 0.9 mL/min
サブレッサー	: CMMS-1
再生液	: 66 mM 水酸化テトラメチルアンモニウム 陰イオン分析条件
分析カラム	: HPIC AS4A
ガードカラム	: AG4A
溶離液	: 0.75 mM 炭酸水素ナトリウム / 2.2 mM 炭酸ナトリウム 1.7 mL/min
サブレッサー	: AMMS-1
再生液	: 0.025 N 硫酸

装置	: R. J. Lee Group the Personal SEM
加速電圧	: 20 kV (自動)

### 3. 結果及び考察

エマルジョン爆薬のn-ペンタン抽出物のガスクロ

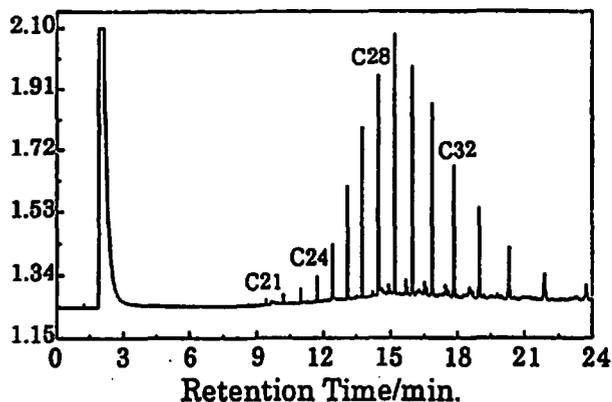


Fig. 2 Gas chromatogram of n-pentane extract of POWER 140

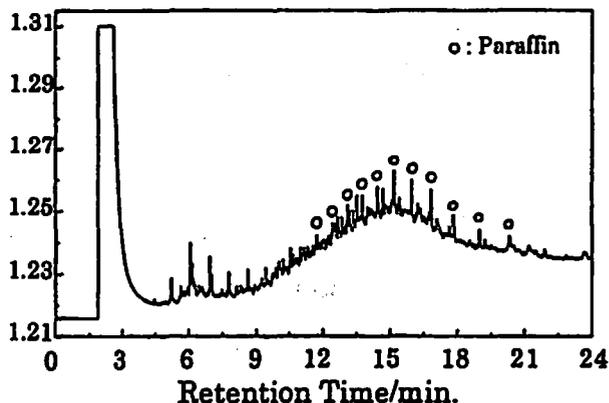


Fig. 5 Gas chromatogram of n-pentane extract from a stainless steel plate after the explosion of POWDER 140

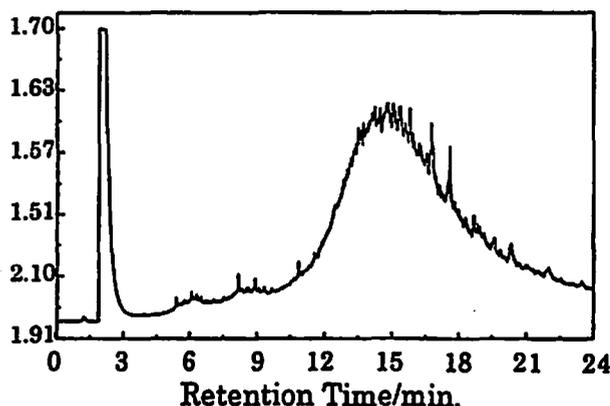


Fig. 3 Gas chromatogram of n-pentane extract of DYNO SL PLUS

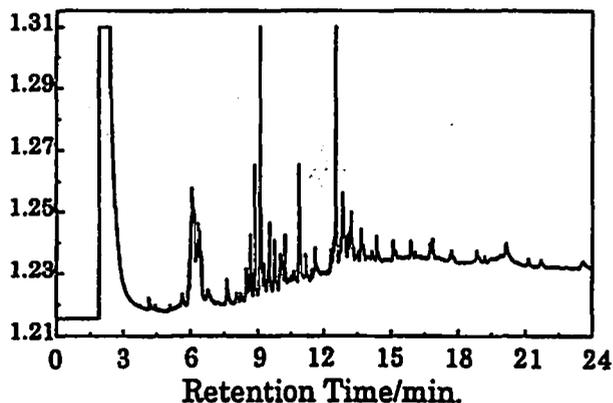


Fig. 6 Gas chromatogram of n-pentane extract from a stainless steel plate after the explosion of DYNO SL PLUS

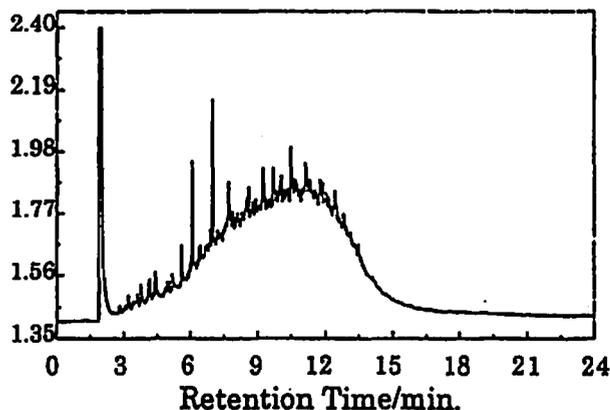


Fig. 4 Gas chromatogram of n-pentane extract of EMULEX 710

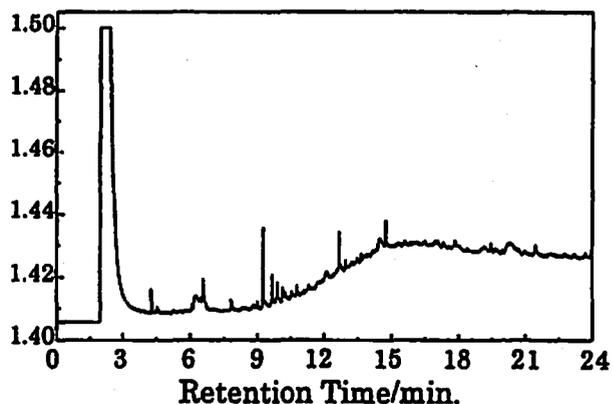


Fig. 7 Gas chromatogram of n-pentane extract from a stainless steel plate after the explosion of EMULEX 710

マトグラムを Fig. 2 から Fig. 4 に示す。POWERMAX 140 からは直鎖パラフィンの、DYNO SL PLUS からは潤滑油の、EMULEX 710 からは低粘度の潤滑油のガスクロマトグラムが得られた。

爆発残さのn-ペンタン抽出物のガスクロマトグラムを Fig. 5 から Fig. 7 に示す。POWERMAX 140 の爆発残さのn-ペンタン抽出物からは直鎖パラフィンの保持時間と一致するピークが認められたが、

DYNO SL PLUS と EMULEX 710 の爆発残さのn-ペンタン抽出物からはそれらの爆発物のn-ペンタン抽出物のガスクロマトグラムと類似するクロマトグラムが得られなかった。特に、EMULEX 710 の爆発残さのクロマトグラムは、他の爆発残さのガスクロマトグラ

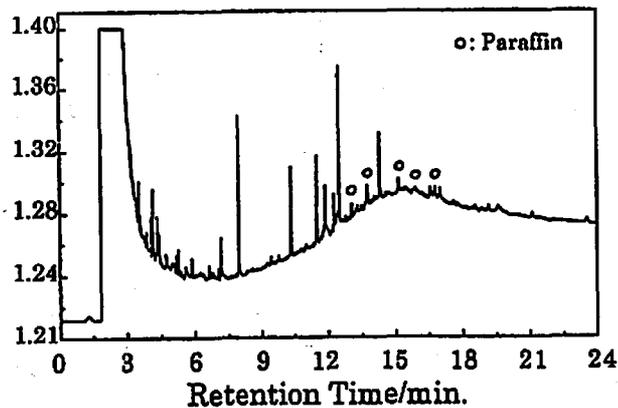


Fig. 8 Gas chromatogram of diethyl ether extract from a stainless steel plate after the explosion of POWDER 140

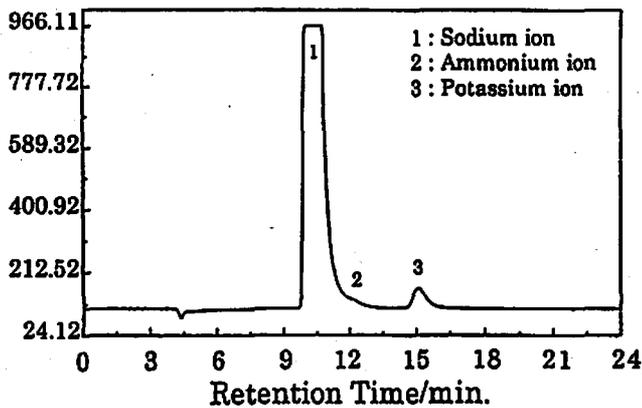


Fig. 10 Ion chromatogram of acetone extract from a stainless steel plate after the explosion of EMULEX 710

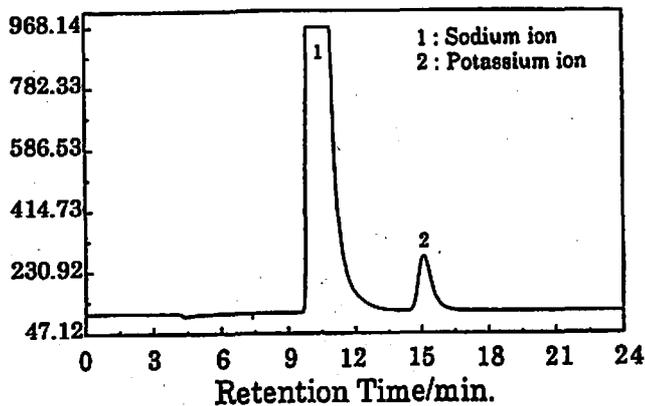


Fig. 9 Ion chromatogram of water extract from a stainless steel after the explosion of DYNOL PLUS

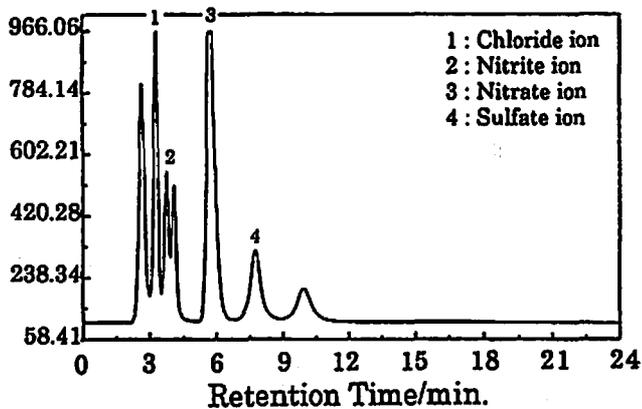


Fig. 10 Ion chromatogram of acetone extract from a stainless steel plate after the explosion of EMULEX 710

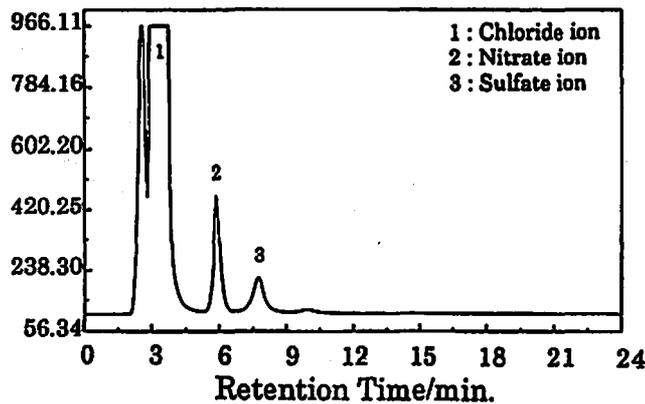


Fig. 9 Ion chromatogram of water extract from a stainless steel after the explosion of DYNOL PLUS

ムよりピーク数が少なかった。これらの爆薬のn-ペンタン抽出物には、直鎖パラフィンにみられる特徴的な分離したピークが認められなかったため、その爆発残さからのこれらの油類を検出することは困難であると考えられる。また、DYNOL PLUSに使用されている油類は、比較的に低沸点成分を主成分としているので、残存しにくいと考えられる。なお、有機溶媒の

抽出物は微量だったので、赤外吸収スペクトルは測定できなかった。

POWERMAX 140の爆発残さのジエチルエーテル抽出物のガスクロマトグラムをFig. 8に示す。ジエチルエーテルでも油類は抽出されるが、n-ペンタンの方が効率良くパラフィン類を抽出することが認められた。

ICI社のエマルジョン爆薬POWER 440, 7D及びAPEX 240のイソオクタン抽出物からは界面活性剤のピークが認められ<sup>2)</sup>、国産のエマルジョン爆薬のn-ヘキサン抽出物からはソルビタンエステルが分析されている<sup>3)</sup>。本研究ではPOWERMAX 140のn-ペンタン抽出物及びジエチルエーテル抽出物から界面活性剤のピークは認められなかった。

水抽出物のイオンクロマトグラムをFig. 9からFig. 11に示す。POWERMAX 140の水抽出物からは、陽イオンとしてナトリウム及びカリウムイオンが、陰イオンとして多量の塩化物イオン、硝酸イオン及び硫酸イオンが検出された。DYNOL PLUSの水抽出物からは、陽イオンとしてナトリウム及びカリウムイオン及び微量のアンモニウムイオンが、陰イオンとして塩化物イオン、亜硝酸イオン、硝酸イオン及び硫酸

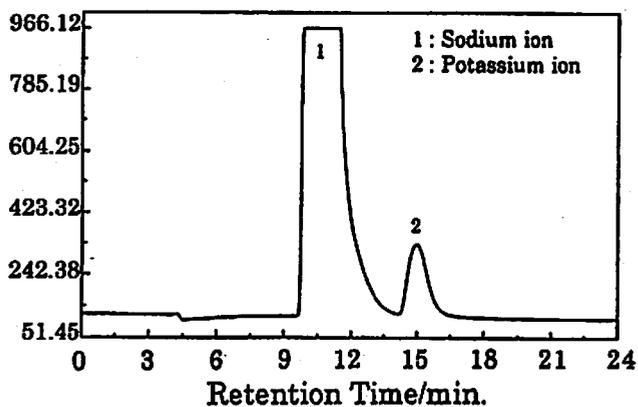


Fig. 11 Ion chromatogram of water extract from a stainless steel plate after the explosion of EMULEX 710

イオンが検出された。EMULEX 710の水抽出物からは、陽イオンとしてナトリウム及びカリウムイオンが、陰イオンとして塩化物イオン、亜硝酸イオン、硝酸イオン及び硫酸イオンが検出された。すなわち、硝酸イオンは、全ての水抽出物から検出されたが、アンモニウムイオンについては、DYNO SL PLUSの水抽出物から微量のアンモニウムイオンが検出されたのみで、他の爆薬からは検出されなかった。エマルジョン爆薬は多量の硝酸アンモニウムを含有するにもかかわらず、その爆発残さ中に存在するアンモニウムイオンは微量と考えられ、微量のアンモニウムイオンのピークがその直前のナトリウムイオンのピークに隠れたと考えられる。POWERMAX 140の爆発残さ中の多量の塩化物イオンは、この爆薬が過塩素酸ナトリウムを約10%含有することに起因する。元素分析をしたところ、POWERMAX 140からは多量のナトリウムと塩素、酸素及びカルシウムが、DYNO SL PLUSからは酸素、ナトリウム、アルミニウム、イオウ及び塩素が、EMULEX 710からは酸素、ナトリウム、アルミニウム及びイオウが検出された。

POWERMAX 140のアセトン抽出物中の水溶性成

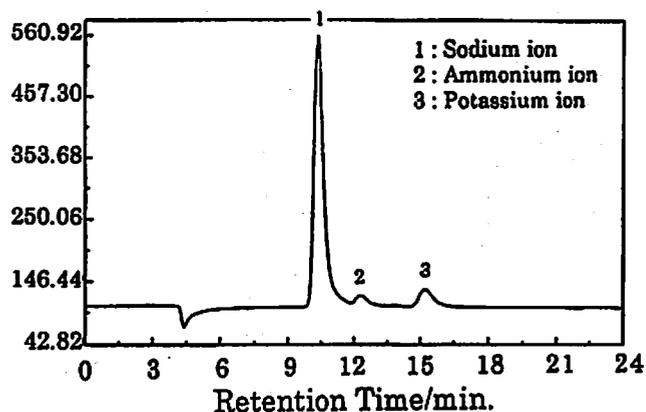


Fig. 12 Ion chromatogram of acetone extract from a stainless steel plate after the explosion of POWDER 140

分のイオンクロマトグラムをFig. 12に示す。アセトンに対する無機塩の溶解度が小さいので、各ピークは小さいが、陽イオンとしてナトリウムとカリウムイオン及びアンモニウムイオンが、陰イオンとして硝酸イオン及び硫酸イオンが検出された。塩化物の抽出量が少ないので、水抽出物から確認できなかったアンモニウムイオンが検出されたものと考えられる。

#### 4. 結論

Fig. 1のスキームに従って、エマルジョン爆薬の爆発残さを分析したところ、次の知見を得た。

- (1) 直鎖パラフィンが多量に含有するエマルジョン爆薬の爆発残さから直鎖パラフィンが検出された。
- (2) エマルジョン爆薬は、多量の硝酸アンモニウムを含有するにもかかわらず、爆発残さの水抽出物からアンモニウムイオンを検出することは困難であった。
- (3) 爆発残さの水抽出物からアンモニウムイオンが検出されない場合でも、アセトン抽出物中にアンモニウムイオンが検出される場合があった。

謝 辞

本研究は平成7年度科学警察研究所法科学研修所鑑

定技術研究科在外研修により行いました。ここに記して感謝の意を表します。

文 献

1) 岸徹, EXPLOSION, 6, 2(1996)

2) E. C. Bender, J. Crump and C. R. Midkiff,  
"Advances in analysis and Detection of Ex-

plosives", P 179, Ed. by J. Yinon (1992),  
Kluwer Academic Publishers.

3) T. Kishi, J. Nakamura, Y. Kumooka, H. Arai,  
"Advances in Forensic Sciences", Vol. 3, P 210, Ed.  
by B Jacob, (1995), Verlag Dr. Koster.

---

## Post Explosion Analysis of Emulsion Explosives

by Yoshio KUMOOKA\* and Alexander D. BEVERIDGE\*\*

Explosion residues of three emulsion explosives were analyzed. The emulsion explosives were exploded over a stainless steel plate. One part of the plate was washed with n-pentane and the other part was washed with diethyl ether, then the whole plate was washed with acetone and after drying washed with water. The organic solvent extracts were analyzed with GC-FID. Some paraffin peaks were found in the n-pentane extract and the diethyl ether extract of the explosion residue of the emulsion explosive whose main fuel was paraffin. Lubricant was not identified in the organic solvent extracts. The water extracts were analyzed with IC. The main oxidizer of the emulsion explosives was ammonium nitrate and nitrate ion was analyzed in all the water extract. There was one case that the trace amount of ammonium ion was detected in the water extract, because the ammonium ion peak followed the big sodium ion peak. There was much sodium chloride in the explosion residue of the emulsion explosive containing sodium perchlorate. In that case ammonium ion was detected in acetone extract but not detected in water extract.

(\*National Research Institute of Police Science, 6, Sanban-cho, Chiyoda-ku,  
Tokyo 102 Japan

\*\*Forensic Laboratory Vancouver, Royal Canadian Mounted Police, 5201  
Heather Street, Vancouver, British Columbia, V5Z 3L7, Canada)