—技術報告—

SEM/EDX による射撃残渣検出のための採取器の考案

渡邊剛太郎^{*1}, 埴田武志^{*1}, 太田民男^{*2}山形県警察本部科学捜査研究所^{*1}, 同機動捜査隊^{*2}〒990-8577 山形市松波 2 丁目 8 番 1 号^{*1, *2}**A Sampling Technique for the Detection of Gunshot Residues by Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-ray Analysis (SEM/EDX)**Gotaro Watanabe^{*1}, Takeshi Tada^{*1} and Tamio Ohta^{*2}*Forensic Science Laboratory^{*1}, Mobile Investigation Unit^{*2}, Yamagata Prefectural Police H. Q. Matsunami 2-8-1, Yamagata 990-8577, Japan^{*1, *2}**(Received 11 April 2002; accepted 30 May 2002)*

The well-established method of gunshot residue (GSR) particle detection by scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray analysis (SEM/EDX) is generally employed in both the examination of the suspect and the target area. In this study, we would like to introduce a simple and rapid technique as a new strategy for collecting of GSR particles for detection by SEM/EDX. This method involved sucking the GSRs by a suction apparatus and trapping them on small areas of double-sided adhesive tape in a novel GSR collector. Collection of GSR particles using a suction method with this novel GSR collector was compared to the direct tape-lift technique from a practical point of view. The direct tape-lift technique is difficult in concentrating GSR particles as a result of an accumulation of extraneous material. This new method proved more efficient than using the tape-lift technique. From the findings in this study, it seemed that the most efficient way of collecting GSR particles is by using the newly suction method with a novel GSR collector.

Key words: Gunshot residue particle, SEM/EDX, Suction method, GSR collector, Direct tape-lift technique.

緒 言

射撃残渣 (Gunshot Residues: GSR) は、射撃を行った際に生じる雷管用火薬の燃焼残渣、および弾丸が銃腔を通る際に生じる金属残渣の総称であり、銃器発砲事件における射手特定に用いられている¹⁻³⁾。その検査方法の一つは、走査型電子顕微鏡 (SEM) で形態的に検索したものをエネルギー分散

型 X 線分析装置 (EDX) で分析して、その中に含まれるバリウム、アンチモン、鉛などを証明するものである^{2,3)}が、数千倍に拡大して検査を行うため検査範囲が広範囲になるうえ、GSR 類似物が多数存在する場合には形態的な絞り込みが十分にできないため、検査に時間と労力が必要である。これまで、検査の簡略化のために様々な検討が試みられ

た⁴⁻¹¹⁾が十分な成果を上げるに至っていない．そこで、新たに GSR 採取器を考案し、これを用いた簡便な GSR 検査法の開発および GSR 付着部位と付着後の経時変化について検討を行ったので報告する．

材料と方法

1. GSR 採取器の作製

以下に示す手順で GSR 採取器を作製した (Fig. 1). 1)市販のシガレットカートリッジパイプ「スーパー25」(カマヤ : Fig. 1a, b) の中にあるオレンジ色のプラスチック製部品 (Fig. 1b) に、直径約 6 mm の両面テープ (ニチバン : Fig. 1c) を貼り付けた．2)市販のシガレットカートリッジパイプ「フレンドホルダー」(テラサキ) のフィルター部分を切断したもの (Fig. 1e-g) を作製し、切断面に直径 3 mm の銅製シートメッシュ 200-A メッシュ (応研商事 : Fig. 1d) を貼り付けた．3)上記加工を加えた「フレンドホルダー」を「スーパー25」の両面テープ (Fig. 1c) から約 1 mm のところまで押し込んで一体化 (Fig. 1h) した．この GSR 採取器の一方 (Fig. 1a) を耐圧チューブの先端にセットして吸引すると、吸い込み口 (Fig. 1g) から入った GSR が、

Fig. 1 A schematic view of a novel GSR collector.

吹き出し口 (Fig. 1e に開いた穴) から両面テープ (Fig. 1c) に吹き付けられ、テープ表面に捕集される．

2. GSR の採取と分析

最初に GSR の代替物として、ライターの着火部から飛散する金属残渣を使用した．紙および使用済み綿手袋の上 30 cm 地点でライターの着火動作を数回繰り返した後、様々な条件で金属残渣を採取した．さらに、スミス & ユェッソン社製チーフスにより実弾を発射後、様々な条件下で GSR 採取を試みた．GSR 採取器を耐圧チューブの先端にセットし、反対側から乾電池式吸引ポンプ「ハンディ サンプラー・モデル MP-1」(キモトデンキ)、および二連球ゴムで作製した吸引器を用いて吸引し、GSR を両面テープ上に捕集した．GSR 採取後、両面テープをカーボン試料台に固定しカーボン蒸着したものを、走査型電子顕微鏡 EXM 3500 (エリオニクス) によって観察し、X 線マイクロアナライザー・システム 5000 (セイコー EG & G) を用いて元素分析を行った．

3. GSR 採取器の検討

GSR 採取器の各部品について、その必要性を検討した．また、「フレンドホルダー」のフィルター切断面 (Fig. 1d と 1e の間) に、直径 0.5 mm および 1 mm の穴の開いた、厚さ 0.4 mm のプラスチック板を貼り付けることによって吹き出し口 (通常、直径 2 mm) の大きさを変えたり、銅製シートメッシュを取り外したものや、メッシュサイズ (100-A: 200 μm $\times$ 200 μm , 150-A: 150 μm $\times$ 150 μm , 200-A: 100 μm $\times$ 100 μm) を変更したものについて検討を行った．

4. GSR 付着部位と経時変化の検討

口径 0.38 インチ回転弾倉式拳銃用スペシャル型実包 (レミントン) 1 発をスミス & ユェッソン社製チーフスにて試射後、直ちに、手、袖口、顔面、頭髮から GSR 採取器と乾電池式吸引ポンプ「ハンディ サンプラー・モデル MP-1」を用いて GSR の採取を行った．さらに、射撃後 2 時間経過したときの経時変化について検討を行った．

5. 発砲事件の実際例における GSR 検査

Y 市において暴力団同士の抗争による拳銃発砲事

件が発生し、犯人が逮捕された。犯人の自供から、自分が使用している車両内において自動式拳銃（口径0.25インチ、イタリア製タイタン）を4発発射し、発射後の拳銃を助手席シートマットに置いて逃走したことが判明した。そこで、犯行1週間後に車両を押収し、GSR採取器を用いてマットからのGSR採取を試みた。

結 果

乾電池式吸引ポンプ「ハンディ サンプラー・モデル MP-1」とGSR採取器を用いて、紙からライターの金属残渣を採取した結果をFig. 2に示した。吹き出し口の大きさを2 mm～0.5 mmに変化

させると、金属残渣の付着範囲が中心部に集まったが、捕集された金属残渣のサイズは小さくなった。吹き出し口の大きさ2 mmで、異なるメッシュのフィルターを付けたGSR採取器を用いて、使用済み綿手袋からライターの金属残渣を採取した結果をFig. 3に示した。シートメッシュのないものは、繊維片および皮膚片が何層にも重なって金属残渣の検出が困難であった。メッシュサイズが最も細かい200-Aを用いたとき、繊維片は殆ど排除され、皮膚片と金属残渣のみが採取された。実弾試射後、200-Aメッシュフィルターを取り付けたGSR採取器と、二連球ゴムで作製した吸引器を用いてGSRを採取した結果をFig. 4に示した。吹き出し口の

Fig. 2 The variety of amounts of debris found on double-sided adhesive tape in a novel GSR collector. A bore of vent: a) 2 mm, b) 1 mm, c) 0.5 mm.

Fig. 3 The variety of amounts of various particles found on double-sided adhesive tape in a novel GSR collector. a) no filter, b) 100-A mesh filter, c) 150-A mesh filter, d) 200-A mesh filter.

Fig. 4 The variety of amounts of GSR found on double-sided adhesive tape in a novel GSR collector. A bore of vent: a) 2 mm, b) 1 mm, c) 0.5 mm.

Fig. 5 SE photograph and EDX spectrum of a GSR particle in the sample from the seat mats.

大きさが 2 mm のとき採取された GSR のサイズは $5\mu\text{m}$ 以下であり、1 mm のとき $1\mu\text{m}$ 以下、0.5 mm のときは $0.5\mu\text{m}$ 以下であった。このとき GSR 採取器を分解してみると「フレンドホルダー」内部 (Fig. 1e) に集められた塵の中から GSR が検出された。GSR 採取器の先端に付いている部品 (Fig.

1f) を取り外すと、吸引力が低下し GSR を採取することができなかった。乾電池式吸引ポンプを用いて GSR の採取を試みたところ、試射直後は、眉毛、頭髮、手、袖口から GSR を検出でき、試射の 2 時間後には、袖口からのみ GSR の検出が可能であった。

実際例において、二連球ゴムで作製した吸引器と GSR 採取器を用いて直径約 $2\mu\text{m}$ の GSR が検出され、分析の結果、鉛、バリウム、アンチモンなどの元素が確認された (Fig. 5)。

考 察

GSR 検査は以前から行われているが、環境汚染物質と厳密に区別することが困難なため、今日では SEM/EDX を用いた検査法が一般的である。また、検査を簡略化するため自動分析法が考案された^{9,10)}が、GSR の形態や成分組成は、銃口と付着場所との距離や火薬の種類によって大きく異なる¹²⁻¹⁸⁾ため分析の条件によっては良好な結果が得られない場合がある。GSR の採取法としては、粘着テープを用いたり有機溶媒を用いる方法^{11,19,20)}やエアフィルターを用いた方法²¹⁾が報告されているが、より簡便な採取方法が求められる。今回考案した GSR 採取器は、吸引器によって吸引された微細粒子が、粘着テープに衝突した際にテープ表面に捕獲されることによって採取される。したがって、GSR を直接粘着テープによって採取する方法と比較して様々な利点を持っている。第一に、粘着面に直接触れることがないので、一旦採取された GSR が脱落したり、採取作業中に誤って汚染することがないこと。第二に、採取場所が平坦でなかったり木綿のように長い繊維でできていても採取可能なこと。第三に、広範囲な場所から採取した GSR を極狭い範囲に集めることで、検査範囲を絞れると同時に GSR 発見の確率を上げられることである。また、本採取器は、フィルターを用いた吸引法^{11,21)}と比較しても、いくつか優れた点を持っている。第一に、採取器が小型で安価なため、使い捨てにすることでコンタミネーションの危険性を回避できること。第二に、 $0.5\mu\text{m}$ の微小な GSR を採取できること。第三に、GSR 以外の妨害物質が多数混在する場合でも目詰まりを起こしにくく、吸引装置に負荷が掛かりにくいことである。実際に拳銃を試射した場合、直後には眉毛、頭髮、手、袖口など様々な場所から GSR を検出できたが、2 時間後には着衣の袖口からのみ検出可能であった。このことは素早い採取活動の重要性を示している。実例において発砲の 1 週間後に

GSR が検出されたのは、GSR がほぼ水平なシートに付着しており脱落しにくかったためと考えられる。GSR 採取器は、吹き出し口の径を絞ることによって捕集される GSR の付着範囲を狭めることが可能である。しかし、同じ吸引装置を用いて吹き出し口を小さくした場合、吸引力が低下しサイズの大きい GSR の採取が困難になる。また、GSR を採取するとき同時に皮膚片や繊維片などの微小物質を捕集してしまうと、後の検査が非常に困難になる¹⁹⁻²¹⁾。今回の検討でも、フィルターを付けない場合には繊維片などの妨害物質が多数捕集され GSR 検査ができなかった。このような妨害物質の除去方法として脱脂綿やフィルターを用いて濾過したり^{4,5,11,19)}、有機物をプラズマ灰化して分解する方法⁶⁻⁸⁾が報告されているが、いずれも煩雑な操作を必要とするため実用的ではない。本法では、GSR 採取器に目の細かいフィルターを取り付けることによって夾雑物の大部分が排除され、GSR 分析が容易となった。また、GSR の捕集には、吸引装置による適度な吸引力が不可欠である。GSR 採取器の先端に付いている部品 (Fig. 1f) を取り外すと採取器の吸引力が低下し、GSR の捕集ができなかった。また、吸引装置によっては十分な吸引力が得られないものや、吸引中に生じる陰圧のために装置が破損したり、過熱したりする場合があるので注意が必要である。本研究では、吸引力と GSR 採取効率との関係について十分な検討を行っていないが、吸引力が弱かったり一定していない場合、採取装置内部 (Fig. 1e) に金属残渣が捕集される現象が認められた。今後、GSR 採取器の内部構造を単純化すると共に、より強い吸引装置の選定および吸引力と GSR 採取効率との詳細な検討が必要であると考えられる。

文 献

- 1) Pro, M.: Barium and antimony levels on hands. Significance as indicator of gunfire residue. *J. Radioanalytical Chem.*, **15**, 203 (1973).
- 2) Wolten, G. M., Nesbitt, R. S., Calloway, A. R., Loper, G. L. and Jones, P. F.: Final report on particle analysis for gunshot residue detection.

- Aerospace Report*, **ATR-77(7915)-3**, 93-98 (1977).
- 3) Romolo, F. S. and Margot, P.: Identification of gunshot residue: a critical review. *Forensic Science Int.*, **119**, 195-211 (2001).
 - 4) Wallance, J. S. and Keeley, R. H.: A method for preparing firearms residue samples for scanning electron microscopy. *Scanning Electron Microscopy*, **2**, 179-184 (1979).
 - 5) Ward, D. C.: Gunshot residue collection for scanning electron microscopy. *Scanning Electron Microscopy*, **3**, 1031-1036 (1982).
 - 6) Kinard, W. D. and Midkiff, C. R. Jr.: The application of oxygen plasma ashing to gunshot residue analysis. *J. Forensic Sci.*, **23**, 368-374 (1978).
 - 7) Sild, E. H. and Pausak S.: Forensic application of SEM/EDX. *Scanning Electron Microscopy*, **2**, 185-192 (1979).
 - 8) Lorenzo, V.: The use of plasma ashing on samples for detection of gunshot residue with scanning electron microscopy and energy-dispersive X-ray analysis (SEM/EDXA). *J. Forensic Sci.*, **34**, 964-970 (1989).
 - 9) Tillman, W. L.: Automated gunshot residue particle search and characterization. *J. Forensic Sci.*, **32**, 62-71 (1987).
 - 10) White, R. S. and Owens, A. D.: Automation of gunshot residue detection and analysis by scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray analysis (SEM/EDX). *J. Forensic Sci.*, **23**, 1595-1603 (1987).
 - 11) Zeichner, A., Foner, H. A., Dvorachek, M., Bergman, P. and Levin, N.: Concentration techniques for the detection of gunshot residues by scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray analysis (SEM/EDX). *J. Forensic Sci.*, **34**, 312-320 (1989).
 - 12) Taylor, R. L., Taylor, M. S. and Naguchi, T. T.: Firearm identification by examination of bullet fragments: A SEM/EDS study. *Scanning Electron Microscopy*, **11**, 167-174 (1979).
 - 13) Ravreby, M.: Analysis of long-range bullet entrance holes by atomic absorption spectrophotometry and scanning electron microscopy. *J. Forensic Sci.*, **27**, 92-112 (1982).
 - 14) Di Maio, V. J. M., Dana, S. E., Taylor, W. E. and Ondrussek, J.: Use of scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray analysis (SEM/EDX) in identification of foreign material on bullets. *J. Forensic Sci.*, **32**, 38-47 (1987).
 - 15) Bergman, P., Enzel, P. and Springer, E.: The detection of gunshot residue (GSR) particles on the bottom of discharged bullets. *J. Forensic Sci.*, **33**, 960-968 (1988).
 - 16) Zeichner, A., Levin, N. and Springer, E.: Gunshot residue particles formed by using different types of ammunition in the same firearm. *J. Forensic Sci.*, **36**, 1020-1026 (1991).
 - 17) Burnett, B.: The form of gunshot residue is modified by target impact. *J. Forensic Sci.*, **34**, 808-822 (1989).
 - 18) 最上和生, 福田和夫: SEM/EDXによる射撃残渣の分析. 科警研報告, **48**, 46-57 (1995).
 - 19) DeGaetano, D., Siegel, J. A. and Klotmaren, K. L.: A comparison of three techniques developed for sampling and analysis of gunshot residue by scanning electron microscopy/energy-dispersive X-ray analysis (SEM-EDX). *J. Forensic Sci.*, **37**, 281-300 (1992).
 - 20) Zeichner, A. and Levin, N.: Collection efficiency of Gunshot residue (GSR) particles from hair and hands using double-side adhesive tape. *J. Forensic Sci.*, **38**, 571-584 (1993).
 - 21) Andrasko, J. and Pettersson, S.: A simple method for collection of gunshot residues from clothing. *J. Forensic Science Society*, **31**, 321-330 (1991).