

科学的な原因究明のための判定手法の開発と研究

—石油ストーブの使用立証—

山内一弘*, 塩川芳徳**

概要

石油ストーブの使用は火災に繋がる原因の一つとして考えられることがあるが、仮に火災当初に使用状態(「点火」状態)であっても落下物等の外的作用により感震装置(地震を感知して自動的に「消火」状態となる装置)が作動してスイッチが「消火」状態となり、外見からは使用状態であったことを明らかにすること(以下「使用立証」という)が困難な場合がある。これまでは、スイッチがレバー式のものについての使用立証は、電子プローブ線X線分析装置を用いてスイッチを構成する部品の元素分析することにより行われている。そこで、電子顕微鏡による観察やエネルギー分散型X線分析装置を用いた元素分析によっても行えるかを検証し、使用立証を可能とした。

1 はじめに

石油ストーブの芯上下装置(以下「スイッチ」という)部のように、異なる金属部品(亜鉛めっき鋼板が一般的)が互いに接触している箇所があるものについては、火災時の受熱後、当該部品の表面の特徴が接触部分と非接触部分とで異なる。両者に見られる違いは以下の2点とされている。

- (1) 接触部分では相手側のめっき成分が拡散侵入し、自己のめっき成分が母材の鉄と合金化する。
- (2) 非接触部分では、接触部分よりも表層部の酸素元素濃度が高くなる。

この違いを利用し、点火時に互いに接触している部分と常に非接触となる部分の2つの試料を採取し、その表面を分析、比較することで使用の判定を行う方法がある¹⁾。仮に前者と後者に上記(1)、(2)のような違いが認められればスイッチは「点火」状態にあったことが立証される(図1参照)。逆に認められなければ「消火」状態にあった可能性もある(受熱による影響の多少もあるので、必ずしも「消火」状態であったとは言えない)。

上記(1)、(2)の違いは、現在、電子プローブ線X線分析装置(Electron Probe Micro Analyzer 以下「EPMA」という)による元素分析結果の比較を行うことで判定されている。これらの違いを、電子顕微鏡による観察及びエネルギー分散型X線分析装置(Energy Dispersive X-ray Spectrometer 以下「EDS」という)による元素分析でも判定できるかを検証することを目的に研究を行った。

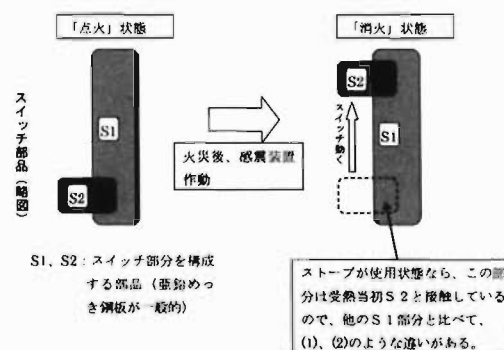


図1 使用立証概念図

2 試料の作成

電子顕微鏡による観察、EDSによる元素分析のため、以下(1)~(6)の方法で試料を作成し、亜鉛めっき鋼板(以下「鋼板」という)の表面及び内部を同時に見ることが出来るようにした。以降、本報告では、電子顕微鏡による観察、EDSによる元素分析はすべてこの方法により作成した試料で行っている。

- (1) 鋼板から、試料とする部分を切断する(以下この状態を「小片」という。写真1参照)。
- (2) 小片をクリップで挟み、垂直に立たせる(写真2参照)。

* 第二研究室 ** 牛込消防署



写真1



写真2

- (3) 型に入れ、常温硬化性樹脂を流し込む(写真3参照)。
 (4) 樹脂が固まった後、型から取り出し、樹脂ごと小片を研磨する(写真4参照)。#320の研磨紙、#600の研磨紙、金属研磨剤(平均粒径2~3 μm)で研磨した。



写真3



写真4

- (5) 洗浄、乾燥して完成。試料とする(写真5参照)。

この方向から観察

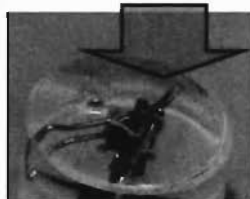


写真5

これを写真5に示す方向から観察することで、試料鋼板の表面及び内部を観察することができる(図2参照)。

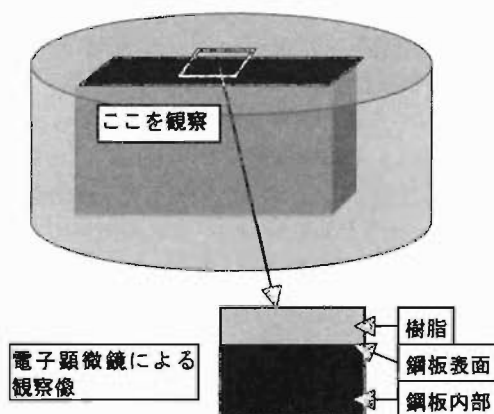


図2 試料の電子顕微鏡による観察像イメージ図

3 鋼板を熱処理して行う実験

(1) 実験の概略

石油ストーブのスイッチ部分に一般的に用いられる亜鉛めっき鋼板(以下「鋼板」という)を適当な大きさ(2.5cm×5cm程度)に切断したものを複数枚用意し、二枚を部分的に重ね合わせた状態で固定して一定時間熱処理した。その後、鋼板同士が重なっていた部分(以下「接触部分」という)と重なっていなかった部分(以下「非接触部分」という)について観察、分析を行った(写真6~8参照)。



写真6(左) 使用した亜鉛めっき鋼板



写真7(右) 鋼板を重ね合わせて固定した状態



写真8 熱処理に使用した電気炉

(2) 実験条件

以下の3条件について行った。

- ア 400℃で20分間熱処理 → 大気中で放冷
- イ 700℃で20分間熱処理 → 大気中で放冷
- ウ 900℃で20分間熱処理 → 大気中で放冷

これとほぼ同じ条件でE PMAを用いた分析が行われており、その際には700℃で熱処理したものについて接触部分と非接触部分の間に異なる特徴が認められている。²⁾

それぞれの条件で熱処理した後の鋼板の様子を写真9~写真11に示す。



写真9(左) 400℃で20分間熱処理した鋼板



写真10(右) 700℃で20分間熱処理した鋼板

いずれも写真上側が接触部分



写真 11 900°Cで20分間熱処理した鋼板
写真下側が接触部分

(3) 実験結果

熱処理していない鋼板、それぞれの条件で処理した鋼板を電子顕微鏡により観察及びEDSにより元素分析した結果（以下「元素マッピング像」という）を表1～4中に示す。EDSによる分析を行った元素は鉄、亜鉛、酸素である。尚、元素マッピング像は、電子顕微鏡観察像中に特定の元素がどのように分布しているかを示すもので、本来カラー映像で示されるが、本報告では白黒写真となるため、色の黒い箇所が元素の濃度の低い箇所、色が白～灰色の箇所が元素の濃度の高い箇所と解釈すれば概ね差し支えない。

表1 鋼板の電子顕微鏡像、EDSによる元素マッピング像（熱処理なし）倍率はいずれも2000倍。他の表についても同じ

顕微鏡像	
鉄	
亜鉛	
酸素	

表2 鋼板の電子顕微鏡像、EDSによる元素マッピング像（400°C20分間熱処理）

	接触部分	非接触部分
顕微鏡像		
鉄		
亜鉛		
酸素		

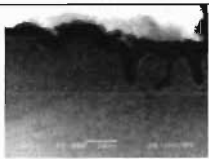
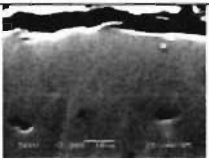
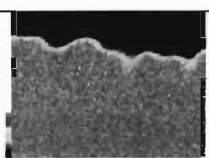
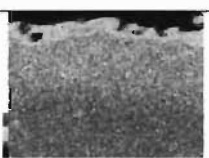
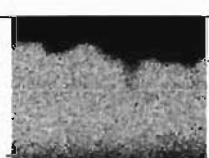
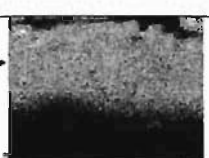


表3 鋼板の電子顕微鏡像、EDSによる元素マッピング像（700°C20分間熱処理）

	接触部分	非接触部分
顕微鏡像		
鉄		
亜鉛		
酸素		

層の形が崩れている

酸素の層が見られる

表4 亜鉛めっき鋼板の電子顕微鏡像、EDSによる元素マッピング像(900℃20分間熱処理)

	接触部分	非接触部分
顕微鏡像		
鉄		
亜鉛		
	← 層の形が崩れている	
酸素		
		← 酸素の層が見られる

電子顕微鏡による観察、EDSによる元素分析により、下記ア、イ、ウの結果が出た。

ア 熱処理を行った鋼板は、電子顕微鏡で観察すると鋼板内部に複数の「穴」が発生する、表層部が平坦でなくなる等の特徴が認められる。しかし、接触部分、非接触部分の間の違いについては明瞭ではない。

イ 熱処理を行った鋼板は、熱処理をしていないものに比べてめっき層(亜鉛)の層としての形がくずれ、母材の鉄側に拡散している。この特徴は処理温度が高温になるほど顕著に見られる。また、非接触部分は、接触部分に比べて、鋼板の表層部に亜鉛の濃度の高い層が残っている(700℃、900℃の場合)。※本報告の白黒写真ではこの特徴はわかりづらい。

ウ 非接触部分では、接触部分に比べて鋼板表層部の酸素濃度が高くなる。ただし、400℃で処理したものについてはその差は明瞭ではない。

(4) 実験からの考察

ア 電子顕微鏡による観察結果から

接触部分、非接触部分の間の違いは明瞭ではなく、この特徴を手がかりにしての両者の判別は不可能と思われる。

イ EDSによる元素分析結果から(亜鉛めっき層)

700℃、900℃で処理したものについては接触部分、非接触部分の間に異なる特徴が認められる。

前記(3)イ記載中、「非接触部分は、接触部分に比べて、

鋼板の表面に亜鉛の濃度の高い層が残っている。」というのは、接触部分の方がめっき層の母材への拡散の程度が大きいと解釈でき、これは前記1(1)記載中の「接触部分では、自己のめっき成分が母材の鉄と合金化する。」状態を示す結果と言える。

ウ EDSによる元素分析結果から(表層部の酸素濃度) 700℃、900℃で処理したものについては接触部分、非接触部分の間に異なる特徴が認められる。

これは前記1(2)に記載の「非接触部分では、接触部分よりも表層部の酸素元素濃度が高くなる。」と一致するものである。

以上、本実験の結果から、石油ストーブの使用立証については、700℃~900℃程度の温度で受熱したものならばEDSを用いた元素分析により可能との予測が立つ。これはEPM Aを用いた場合とほぼ同等の結果といえる。

4 石油ストーブを実際に焼損させて行う実験

(1) 実験の概略

オイルパンの中に石油ストーブ3台(別型式)をスイッチ「点火」の状態置き、その中で木材と灯油を燃焼させる。一定時間経過後、石油ストーブを傾けて感震装置を作動させてスイッチを「消火」の状態に戻す。さらに一定時間経過後、消火する。その間、1台の石油ストーブのスイッチ近傍部に温度計を取り付け、時間経過に伴う温度変化を測定する。感震装置を作動させる時間をずらして2度行い、合計6台(3製品)の石油ストーブを焼損させる。これにより得られた石油ストーブの部品から試料を採取して分析する。

(2) 実験条件等

ア 使用したストーブ

X社製A製品(以下「ストーブA」という)、Y社製B製品(以下「ストーブB」という)、Z社製C製品(以下「ストーブC」という)の3台。全てスイッチはレバー式。

イ 条件

(ア) いずれの石油ストーブも、最初は「点火」、「火力は最大」の位置にスイッチを合わせる。

(イ) 燃料への着火から消火までの時間は、20分とする。

(ウ) 感震装置を作動させる時刻は、1回目は着火後5分経過時、2回目は着火後10分経過時とする。

(エ) 温度計はストーブAのスイッチ近傍部に取り付け。

ウ 実験結果

(ア) 焼損したストーブの作成



写真12 実験中の様子

取り付けした温度計の測定値を図3、図4に示す。

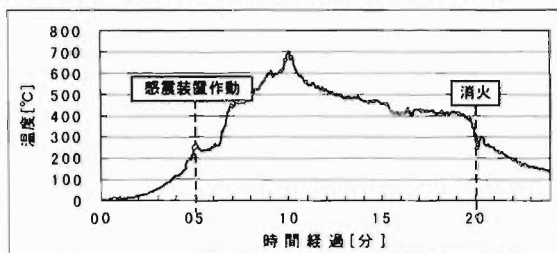


図3 スイッチ近傍部の温度測定値（第1回目）

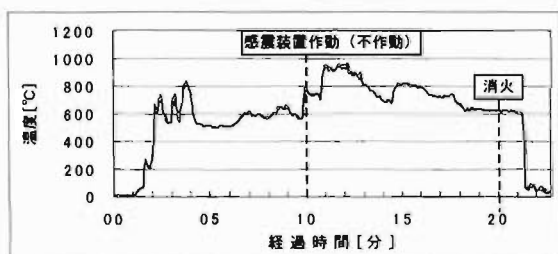


図4 スイッチ近傍部の温度測定値（第2回目）

図3より、第1回目では感震装置を作動させるまではスイッチ近傍部の温度は常温から約250°Cまで上昇し続け、その後、最高で約700°Cに達していることが判る。

図4より、第2回目では石油ストーブのスイッチ近傍部の温度は、感震装置を作動させる前は500°C~800°Cを推移し、その後は最高で約950°Cに達していることがわかる。

この実験中、石油ストーブを傾けることで実際に感震装置が作動したのは第1回目のストーブA、Cのみであり、他の物は消火後もスイッチは「点火」状態のままであった。スイッチが「点火」状態であるものは、既に受熱時の状態が明らかであるので、スイッチが「消火」状態である第1回目のストーブA、ストーブCについて観察、分析を行った。

エ スイッチ部品の観察、分析

(ア) ストーブA

ストーブから取り出したスイッチ部の様子を写真13~写真16に示す。また、スイッチ「点火」時に部品同士が接触する部分として選定した箇所（以下「A-1」という）と常に他の部品と接触していない部分として選定した箇所（以下「A-2」という）についても示す。

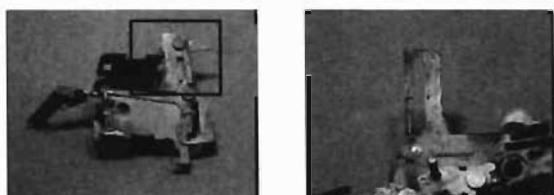


写真13（左）、写真14 ストーブAのスイッチ部分
写真14は写真13囲みを更に分解し、裏面から見たもの。

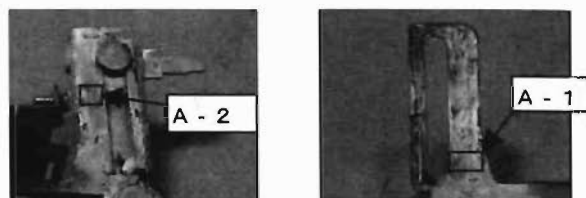


写真15（左）、写真16 試料として選定した箇所
写真15は写真13の、写真16は写真14の拡大。

2つの試料の電子顕微鏡像、EDSによる元素マッピング像を表5に示す。

表5 電子顕微鏡像、EDSによる元素マッピング像（ストーブAから採取した試料）

	A-1（点火時接触）	A-2（常時非接触）
顕微鏡像		
鉄		
亜鉛		
酸素		

EDSによる元素分析の結果を見ると、めっき成分である亜鉛については両試料に明瞭な違いは認められないものの、表層部の酸素濃度を比べるとA-1よりもA-2の方が高い。この結果から、A-1は受熱時、他の部品と接触状態にあったと判断できる。即ちストーブAのスイッチが「点火」状態であったと判断できる。

(イ) ストーブC

ストーブから取り出したスイッチ部の様子を写真17~写真19に示す。また、スイッチ「点火」時に部品同士が接触する部分として選定した箇所（以下「C-1」という）と常に他の部品と接触していない部分として選定した箇所（以下「C-2」という）についても示す。

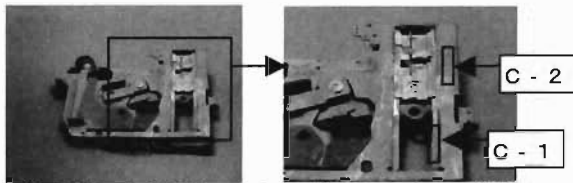


写真17 (左)、写真18 ストープCのスイッチ部分及び試料として選定した箇所

2つの試料の電子顕微鏡像、EDSによる元素マッピング像を表6に示す。

表6 電子顕微鏡像、EDSによる元素マッピング像 (ストープCから採取した試料)

	C-1 (点火時接触)	C-2 (常時非接触)
顕微鏡像		
鉄		
亜鉛		
酸素		

酸素の層が見られる

EDSによる分析結果を見ると、めっき層の形状についてはC-1の方がやや拡散しており、C-2はほとんど拡散している様子はない。表層部の酸素濃度についてはストープAの場合ほど両試料の間に明瞭な差異は認められないが、C-1の方がC-2よりも高いことがわかる。この結果はC-1よりもむしろC-2が受熱時に接触状態であったことを示唆しており、C-1のスイッチが「点火」状態であったことを判断できない。

5 考察

(1) 「点火」状態が判断できなかった原因について

実験の結果、焼損後にスイッチが「消火」状態であった石油ストーブ2台のうち、1台のみスイッチが当初「点火」状態であったことが判断できた。分析した2台はいずれも同じ条件下で焼損させ同時刻に感震装置を作動させたも

のであるが、異なる分析結果が出た。この原因としては
ア 製品によるスイッチ部分の形状の違い (部品同士の接触具合の違いなど)

イ ストープ個体による受熱状況の違い

ウ 同個体のスイッチ部分内での受熱の程度のむら

エ 試料選定の誤り (非接触部分と思われた箇所が実際はそうではなかった等)

などが考えられる。イ、ウについては本実験で温度測定をした箇所が1箇所のみであることから予想できる原因である。エについては、ストープC-1で事実と正反対とも採れる分析結果が出たことから原因として考えられる。これは分析装置の性能等の問題ではなく、より正確に試料を選定し、取り出す方法についてはさらに検討する必要があると考えられる。

(2) 感震装置が作動する状況について

焼損ストーブの作成過程で、全6台中4台のストーブの感震装置が不作動であったことから、感震装置はある程度高温になると作動しなくなることが考えられる。よって、焼損したストーブの感震装置が作動していた場合、それは装置部分の受熱の度が小さい段階で作動したと推測できる。このことから、スイッチ部分の元素分析による使用立証はより低い温度、短い時間の受熱という条件下で焼損したものを対象に行われることになると考えられる。

しかし、第1回目のストーブAはスイッチ「点火」状態時にはスイッチ近傍部分の温度が250℃までしか上昇しなかったにも係らず接触部分と非接触部分の判別ができたことから、実際の火災の場合には本報告3に記した実験の結果から予想されるよりも広い (温度が低い、接触時間が短い) 範囲でそれが可能であることが考えられる。その範囲がどの程度なのか、E PMAを用いて行う場合と比べて異なるのかについては確認するに至らなかった。

6 結論

現在E PMAを用いて行われている石油ストーブの使用立証は、EDSを用いても行うことが可能である。ただし、今回の検証では、立証可能な受熱温度及び受熱時間等の範囲を特定するには至らなかった。これは、今回と同様の検証を異なる条件下で繰り返し行うことにより特定が可能と考えられる。

また、より確実に信頼できる使用立証を行うためには、分析用試料の選定方法及び採取方法等についても検討が必要である。

参考文献

- 1) 東京消防庁予防部調査課編集 「新火災調査教本 第5巻 燃焼機器火災編」
- 2) 鋼管計測株式会社 「石油ストーブの使用立証に関する測定委託報告書」

The research and development for the technique of judgment for scientific cause investigations

(The proof of the use of a kerosene heater)

Kazuhiro YAMAUCHI* Yoshinori SHIOKAWA**

Abstract

The use of a kerosene heater may be considered as one of the causes of fire. Even if a heater is ON (in an "ignition" state) at the time of fire, its vibration sensor (a device which feels an earthquake and automatically sets a heater in a "no-ignition" state) may operate, for example by external force of falling objects and its switch may be set in a "no-ignition" state. In this case, it is difficult from appearance to show that the heater had been used (hence "the proof of use"). Until now, the proof of use for "lever switch" heaters has been carried out with elemental analysis given to the parts of switches by the Electron Probe Micro Analyzer.

We verified and confirmed that it is also possible to carry out this proof of use by electron microscopes and the elemental analysis by the Energy Dispersive X-ray Spectrometer.