

# 危険物流出事故配管等の金属組織観察手法の検証

望月 真\*, 中西 智宏\*\*, 黒田 裕司\*, 鳥谷 淳\*

## 概 要

本検証は、危険物流出等の事故原因調査の際に、タンクや配管等の金属部分に生じた腐食孔や破断箇所の金属組織をより正確に観察・評価する手法の確立を目的とした。本検証では、事故が発生した施設等で採取した金属配管等の腐食部及び破断部をエポキシ樹脂で固め、研磨による表面処理を施した上で、金属顕微鏡を用いて観察を行った。その結果、直接的な事故原因究明につながる良質な画像データが取得でき、本手法が金属組織の観察・評価に十分活用できることを確認した。

## 1 はじめに

平成20年5月の消防法の一部改正に伴い、市町村長等は製造所等における危険物流出等の事故原因調査ができることとされた。この法改正を受けて、平成21年度には危険物流出等の事故原因に関する検証を実施した。その結果の一つとして、金属疲労の蓄積による劣化及び破断時は、破断面観察等による分析方法により、その原因を早期に特定することが今後の事故予防対策として不可欠であるとした。<sup>1)</sup>

このことから、本検証では、危険物流出事故等の直接的な原因調査として、経年劣化等による腐食孔や機械的破断が発生した箇所の金属配管を採取し、金属組織を観察・評価する手法の確立を目的として実施した。

## 2 検証方法

### (1) 試料の採取

腐食孔及び機械的破断面の観察を行う試料については、実際に危険物流出事故等が発生した金属配管を採取した。(写真1) また、一部の試料については、外力を加え、試験的に破断又は変形させた。



写真1 採取した試料

### (2) 試料の前処理<sup>2)</sup>

試料の腐食孔や機械的破断等が発生した箇所の金属組織を観察するにあたり、前処理として、切断、埋め込み、研磨及びエッチングを行い、観察用サンプルを作成した。

#### ア 切断

試料を自動精密切断機(以下「切断機」という)(写真2)を用いて、表1の条件により、埋め込みで使用する試料カップに入る大きさ(概ね30mm×15mm以下)に切断した。

採取した試料はサイズが大きく、切断機に設定できないことが多かったため、一次的にディスクグラインダーや金鋸等で切断機に設定可能な大きさに切断した。腐食孔や機械的破断面付近については、金属組織破壊が起こらないよう、切断機を用いて切断した。また、小さなピンホール状の腐食孔については、後の研磨で切削される厚みを考慮して切断した。



写真2 切断機外観  
アイソメット4000 (BUEHLER社)

表 1 切断機設定条件

金属切断砥石	アブレッシブ砥石 (酸化アルミ)
切断砥石回転数	1200 回転/分
切断送り速度	5.0 mm/分

イ 埋め込み

前アで切断した試料は研磨の前処理として、真空含浸装置 (写真 3) を用いて、図 1 に示す手順により、エポキシ樹脂による埋め込み成型を行った。



写真 3 真空含浸装置外観  
カスト N1000 (BUEHLER 社)

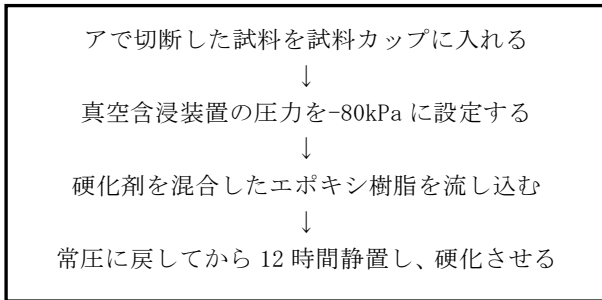


図 1 埋め込み手順

ウ 研磨

前イで埋め込んだ試料の金属組織観察面を平坦にし、細かな傷を取り除くため、自動研磨装置 (写真 4) を用いた。自動研磨装置は、研磨機 (写真 4 中の①) と自動装置 (写真 4 中の②) により構成されており、表 2 に示す研磨剤等を使用し、表 3 及び表 4 の設定条件において、図 2 に示す手順により研磨を行った。



写真 4 自動研磨装置外観

- ①研磨機 エコメット 250 (BUEHLER 社)
- ②自動装置 オートメット 250 (BUEHLER 社)

表 2 研磨に使用した研磨剤等

研磨紙	耐水研磨紙 #240 (ANSI 規格)
研磨剤	ダイヤモンド水性研磨剤 (粒度: 9 μm、3 μm) 酸化アルミ液体研磨剤 (粒度: 0.05 μm)
研磨バフ	ウルトラパッド® (9 μm 研磨剤用) トライデント® (3 μm 研磨剤用) マスターテックス® (0.05 μm 研磨剤用)

表 3 研磨機設定条件

回転数	150 回転/分
回転方向	反時計回り
回転時間	1 分~5 分 (図 2 参照)

表 4 自動装置設定条件

回転数	60 回転/分
回転方向	時計回り
荷重	2.27kgf

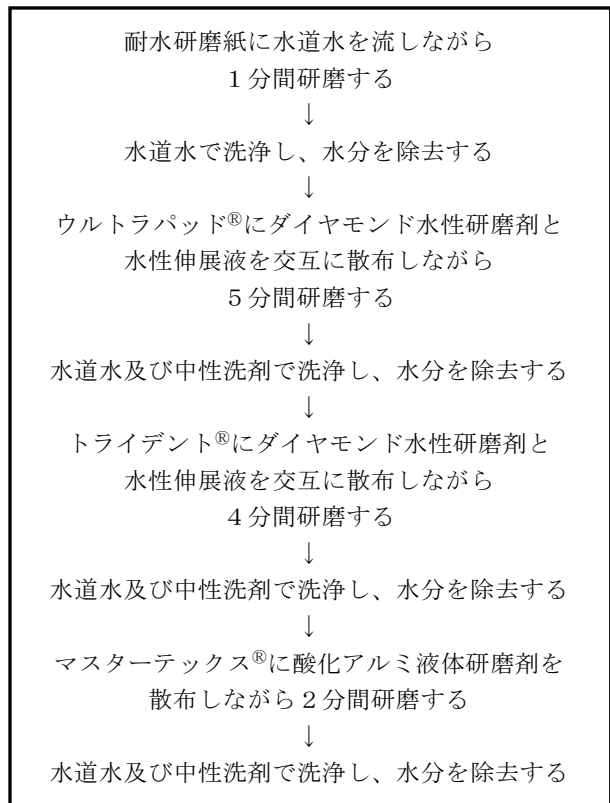


図 2 研磨手順

## エ エッチング<sup>3)</sup>

前ウで研磨した金属組織観察面を腐食液（3%硝酸アルコール）に15秒間浸して腐食させた。

エッチングにより、結晶粒と結晶粒界の腐食速度の相違による凹凸を生じさせることによって、金属組織を観察することができる。

### (3) 試料の観察

前(2)の前処理の後、カメラコントロールユニット付き金属顕微鏡（以下「金属顕微鏡」という）（写真5）を用いて、試料の金属組織観察を行った。



写真5 金属顕微鏡外観

- ①金属顕微鏡 ECLIPSE MA200（株式会社ニコン）
- ②カメラコントロールユニット DS-L2（株式会社ニコン）

鉄は加熱や冷却の温度変化によって原子配列が体心立方格子から面心立方格子又はその逆に変化する。鉄中の固溶炭素量と温度変化によってフェライト、パーライト、オーステナイト、セメンタイト又はそれらの混合物等に組織が変化し、また、結晶粒径も温度条件により変化する。<sup>3)</sup>

本検証で採取したほとんどの試料がフェライトパーライト組織であったが、試料については製造過程からその後の諸条件等がほとんど不明である。よって、金属組織の種別や結晶粒径についてではなく、金属組織の健全部分と腐食孔部分及び機械的破断部分とを観察して比較を行った。

## 3 検証結果

### (1) 腐食孔がある試料

試料は、地下タンクからボイラー用サービスタンクへの送油管が地下ピット壁貫通部付近で腐食し、腐食孔から重油が流出した事故現場で採取されたものである。

試料の外観からはピンホール状の腐食孔が見られた。（写真6-1）金属顕微鏡で観察すると、腐食孔部分は健全部分の組織と同様の組織のまま減肉していた。（写真6-3及び写真6-4）

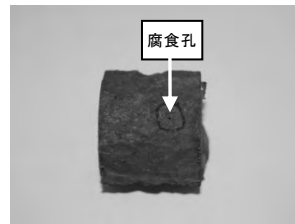


写真6-1 試料外観

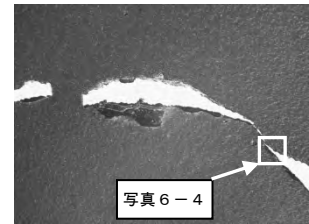


写真6-2 全体観察

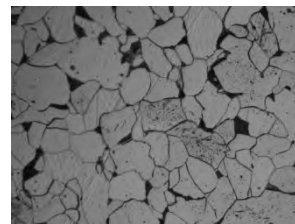


写真6-3 健全部分



写真6-4 腐食孔部分

### (2) 機械的破断がある試料

試料は、車両に積載されていた燃料噴射パイプの亀裂から燃料が漏えいした事故で使用されていたものと同工程で製作された同等品である。

試料の外観からは亀裂が見られなかったが、切断すると亀裂が見られた。（写真7-1及び写真7-2）金属顕微鏡で観察すると、亀裂は内側から外側へ進行していた。（写真7-3）内側の亀裂始点付近の組織は、健全部分の組織と異なり線状に塑性変形していたが、中央から外側の亀裂付近の組織は健全部分と同様の組織であった。（写真7-4～写真7-7）外側まで亀裂が進行していなかった別試料についても、内側の亀裂始点付近の組織は、線状に塑性変形していた。（写真7-8）

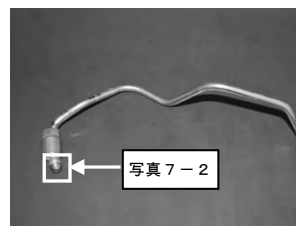


写真7-1 試料外観

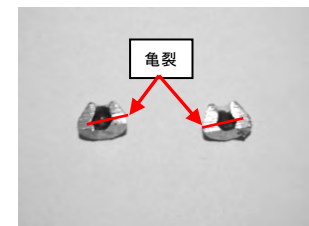


写真7-2 切断した試料

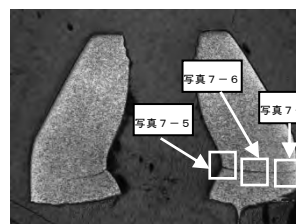


写真7-3 全体観察

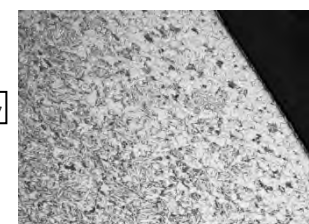


写真7-4 健全部分



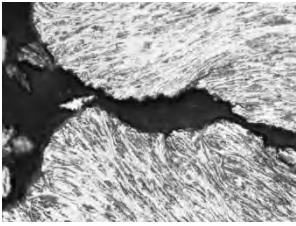


写真 7-5 亀裂部分  
(内側)

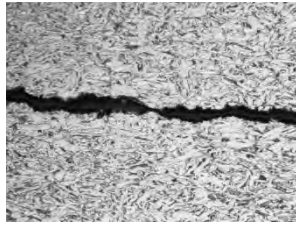


写真 7-6 亀裂部分  
(中央)

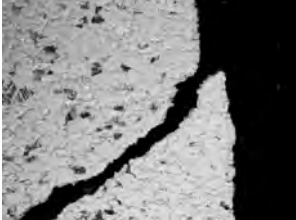


写真 7-7 亀裂部分  
(外側)

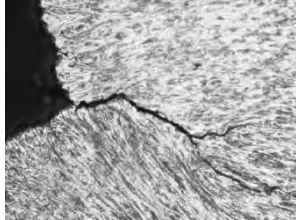


写真 7-8 亀裂部分  
(別試料：内側)

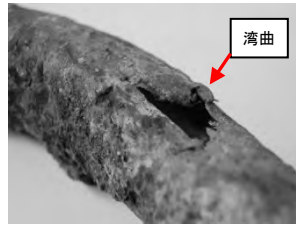


写真 8-5 試料外観



写真 8-6 切断した試料

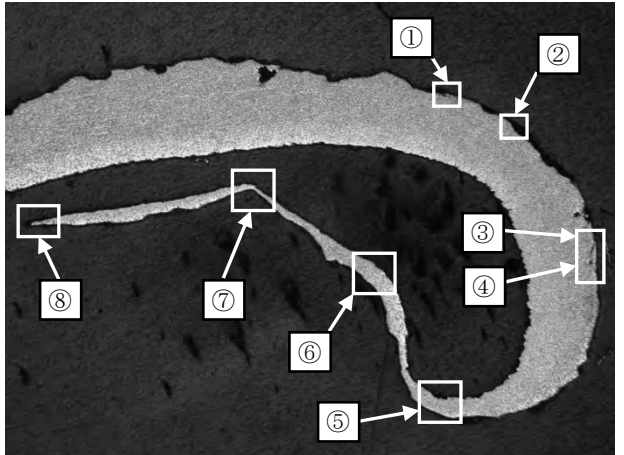


写真 8-7 全体観察

(3) 腐食孔及び機械的破断がある試料

試料は、地下タンクからボイラー用サービスタンクへの埋設配管が腐食し、腐食孔から灯油が流出した事故現場で採取されたものである。

試料の外観からは直径 10mm 程度の腐食孔が見られた。

(写真 8-1) 金属顕微鏡で観察すると、腐食孔部分は健全部分の組織と同様の組織のまま減肉していた。(写真 8-3 及び写真 8-4) また、同試料には湾曲している開口部も見られた。(写真 8-5) 金属顕微鏡で観察すると、複数箇所組織が塑性変形し、亀裂も見られた。(写真 8-8 及び写真 8-10) 亀裂終点付近では、配管外側が塑性変形し、配管内側が健全部分と同様の組織であった。(写真 8-11) 全体観察では湾曲しているように見えるが、腐食によると思われる減肉部分では、健全部分の組織と同様の組織であった。(写真 8-12～写真 8-15)

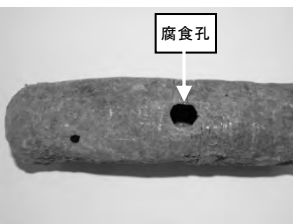


写真 8-1 試料外観

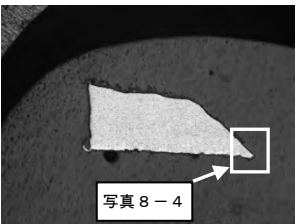


写真 8-2 全体観察

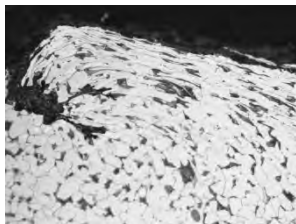


写真 8-8 ①部分



写真 8-9 ②部分

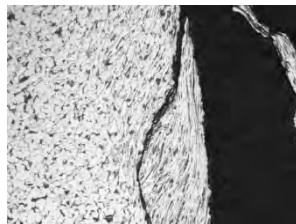


写真 8-10 ③部分

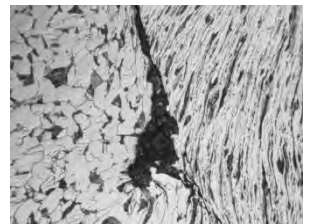


写真 8-11 ④部分

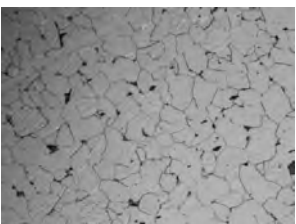


写真 8-3 健全部分



写真 8-4 腐食孔部分



写真 8-12 ⑤部分



写真 8-13 ⑥部分

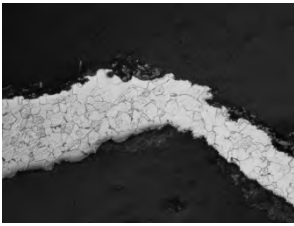


写真 8-14 ⑦部分

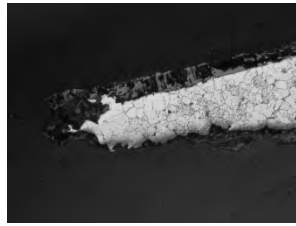


写真 8-15 ⑧部分

(4) 試験的に破断（貫通）させた試料

試料は、試験的に破断させた試料として、ドリル等の工具で貫通させたものである。

金属顕微鏡で観察すると、貫通部分は塑性変形し、若干の亀裂も見られた。（写真 9-5 及び写真 9-6）

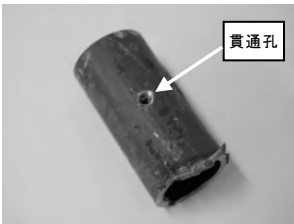


写真 9-1 試料外観

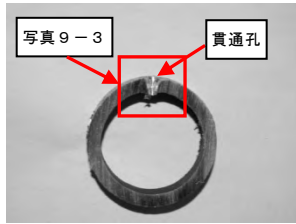


写真 9-2 切断した試料

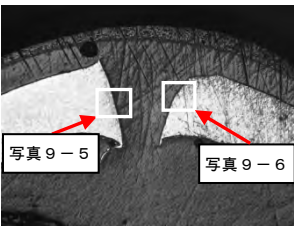


写真 9-3 全体観察

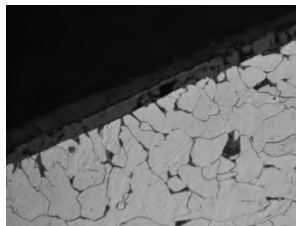


写真 9-4 健全部分



写真 9-5 貫通部分

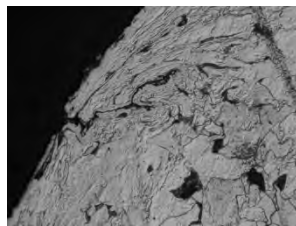


写真 9-6 貫通部分

(5) 試験的に破断（ねじ切り）させた試料

試料は、試験的に破断させた試料として、金鋸等で一部切断し、手でねじ切ったものである。

金属顕微鏡で観察すると、ねじ切り部分はわずかに塑性変形していた。（写真 10-4）

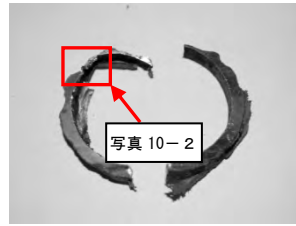


写真 10-1 試料外観

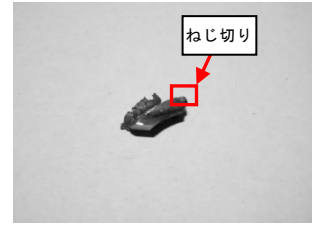


写真 10-2 切断した試料

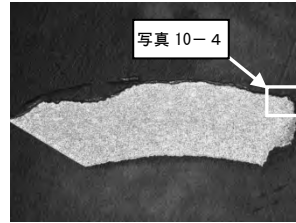


写真 10-3 全体観察

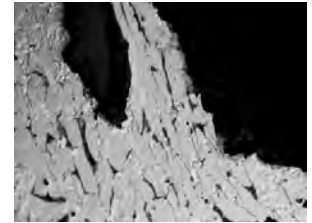


写真 10-4 ねじ切り部分

(6) 試験的に変形（座屈）させた試料

試料は、試験的に変形させた試料として、ハンマーで叩き座屈させたものである。

金属顕微鏡で観察すると、座屈部分は塑性変形していた。（写真 11-4）

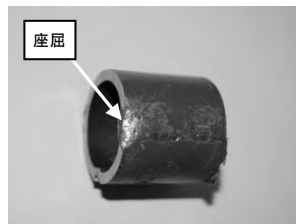


写真 11-1 試料外観

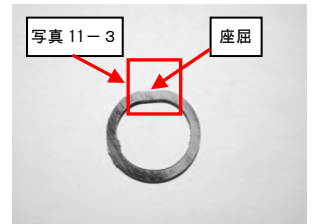


写真 11-2 切断した試料

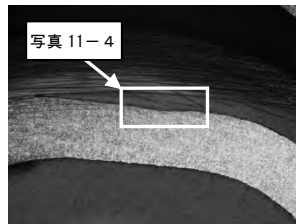


写真 11-3 全体観察



写真 11-4 座屈部分

(7) 東日本大震災により破損した試料（参考）

試料は、仙台市において東日本大震災により、地震動又は津波で破損若しくは火災で熔融したと思われるものである。

試料の外観からは亀裂や原因不明の大きな孔が多数見られた。（写真 12-1）金属顕微鏡で観察すると、亀裂部分は健全部分と同様の組織ではあるが、結晶粒内に亀裂が進行する粒内破壊が見られた。（写真 12-4 及び写真 12-6）また、配管外側には、結晶粒界に沿って亀裂が進行する粒界破壊及びその他の破壊が見られた。（写真 12-7 及び写真 12-8）

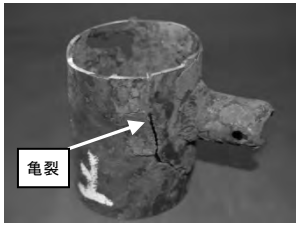


写真 12-1 試料外観

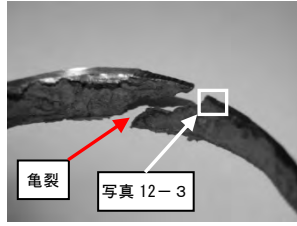


写真 12-2 切断した試料

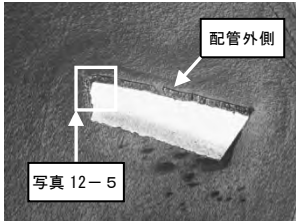


写真 12-3 全体観察

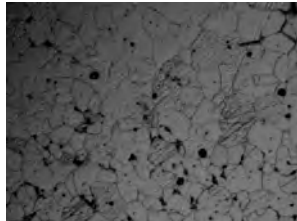


写真 12-4 健全部分

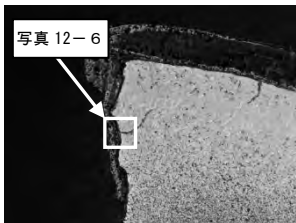


写真 12-5 亀裂部分

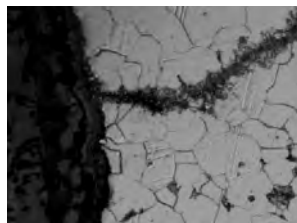


写真 12-6 粒内破壊

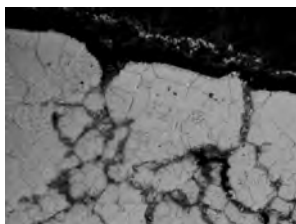


写真 12-7 粒界破壊

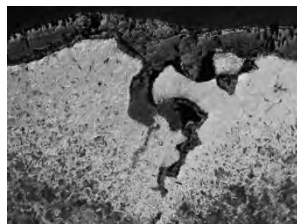


写真 12-8 その他の破壊

#### 4 おわりに

- (1) 金属配管の腐食孔及び機械的破断面は、切断機、真空含浸装置及び自動研磨装置等でサンプルを作成し、エッチングすることにより、金属顕微鏡で金属組織を観察することができた。
- (2) 腐食孔部分は、健全部分の組織と同様の組織のまま減肉している状況が観察された。
- (3) 機械的破断面（亀裂部分及び湾曲部分）は、組織が塑性変形又は破壊している状況が観察された。
- (4) 試験的に破断又は変形させた試料についても、塑性変形又は破壊している状況が観察された。また、工具を使用し、強い外力を加えた試料のほうが大きく塑性変形していた。
- (5) 組織が塑性変形又は破壊している部分は限定的であったため、複数のサンプルを作成し、複数箇所を観察する必要があった。

#### 5 謝辞

本検証を実施するにあたり、貴重な試料を提供していただいた仙台市消防局及び塩釜地区消防事務組合並びに J X 日鉱日石エネルギー株式会社仙台製油所に謝意を表します。

また、調査等に協力していただいた各消防署にも併せて謝意を表します。

#### [参考文献]

- 1) 水田亮、大熊龍也、佐藤和広：危険物流出等の事故原因に関する検証、消防技術安全所報 47 号、p76-83、2010
- 2) 畠山進一ら：金属顕微鏡組織解析のための試料作製、株式会社三啓ビューラーラボグループ、2010
- 3) 吉田亨：破断面の見方、日刊工業新聞社、p97-103、2005