

家電製品の発火事故原因究明 マニュアル2010

平成22年3月



National Institute of Technology and Evaluation
独立行政法人 製品評価技術基盤機構

製品安全センター

まえがき

私たちの生活の場には、多種多様な製品が流通し、身近なところで製品に関する事故が起こっています。独立行政法人製品評価技術基盤機構(NITE)は、事故情報収集制度に基づき、日常生活で起こるこれらの事故を防ぎ、国民が安全な生活を送ることができるようになるため、消費生活用製品に係わる事故情報を消費者、消費者センター、消防・警察、業界団体などの協力を得て収集し、調査・分析を実施しております。

事故情報の調査結果は、NITEホームページの事故情報データベースで広く提供するとともに事故情報収集制度報告書とし公表することにより、事故の未然防止並びに再発防止を図っているほか、製品設計・製造方法などの改善命令、市場に出回った製品の回収命令などの法律に基づく国の措置に反映されております。

またNITEでは、事故情報に基づき事故の未然防止・再発防止の観点から原因調査を行い、必要により原因究明のためのテストを実施しております。その際の事故調査や事故原因究明に必要となる、強度解析分野、家電製品の発火・燃焼分野等での原因究明技術の開発も併せて行っております。

このうち北関東支所では、家電製品の発火・燃焼事故の原因を究明する際に必要となる、発火箇所を科学的に推定する技術等の開発を大学及び企業等の専門家の助言を得て実施してきました。

これらの技術については、技術マニュアルとしてとりまとめ、平成14年3月に「家電製品の発火事故原因究明マニュアルⅠ」として製本・配布したほか、平成17年8月にはその後に関係機関が開発したポリ塩化ビニル絶縁樹脂炭素化物による発火箇所探索手法等の技術マニュアル、事故調査などで参考となる技術情報を追加して内容の改訂を行い、「家電製品の発火事故原因究明マニュアルⅡ」として関係機関に配布し、ご活用頂いて参りました。

さらに、平成18年9月にはマニュアルⅡの第一章を部分改訂する形で「電源コード・二次痕識別のための短絡痕生成温度推定手法(改訂版)」を作成しましたが、この度、「家電製品の発火事故原因究明マニュアル2010」として、これらのマニュアルを再整理し、リニューアルいたしました。

本書を前版と同様に、製品事故究明に携わるNITEの各所はもちろん、原因究明機関、消防・警察等、関係機関の多くの方々にも広く日常業務の中でご活用頂き、今後も引き続きNITEへの製品に係わる事故情報の提供にご協力頂ければ幸いです。

総目次

第Ⅰ章 電源コードの一・二次痕識別のための短絡痕生成温度推定手法	Ⅰ-1～47
第Ⅱ章 プラグ・コンセントの痕跡による発火箇所探索手法	Ⅱ-1～6
第Ⅲ章 コネクタの痕跡による発火箇所探索手法	Ⅲ-1～6
第Ⅳ章 ポリ塩化ビニル絶縁樹脂炭素化物による発火箇所探索手法	Ⅳ-1～11
技術資料1 プラグ・コンセントの発熱要因推定手法	1～15
技術資料2 コネクタの発熱要因推定手法	1～6
技術資料3 火災後の塗装鋼板に残存する痕跡の識別	1～11

第 I 章 電源コード・二次痕識別のための 短絡痕生成温度推定手法

目 次

1. 手法の種類とその使い分け及び解析手順のおおまかな流れ	I-1
2. 適用範囲	I-2
3. DAS 法及び CS 法の選択	I-3
3.1 DAS 法	I-4
3.2 CS 法	I-4
3.3 DAS 法の概要	I-5
(1) DAS の定義	I-5
(2) DAS 法の原理	I-5
3.4 CS 法の概要	I-8
(1) セルサイズの定義	I-8
(2) セルサイズ法の原理	I-8
① 結晶粒界の発生とセル	I-8
② セルサイズと短絡時の雰囲気温度	I-9
4. 実際の手順	I-11
5. 共通の手順	I-13
5.1 前処理・準備マニュアル	I-13
(1) 事故品からの短絡痕の採取	I-13
(2) 短絡痕の外観観察	I-14
(3) 短絡痕の切り出し	I-15
(4) 短絡痕の質量測定	I-15
(5) 研磨用サンプルの作成	I-16
(6) サンプルの研磨	I-17
(7) サンプルの保管	I-20
5.2 組織観察マニュアル	I-22
(1) デンドライト組織の有無の確認	I-22
(2) エッチングの手順	I-24
6. 個別の手順～DAS 法マニュアル（断面にデンドライトが観察される場合）	I-27
6.1 酸素濃度推定マニュアル	I-27
(1) 画像解析による酸素濃度推定の考え方	I-27
(2) 解析用写真の撮影及び加工	I-28
(3) その他の方法	I-29
6.2 DAS 測定マニュアル	I-30
(1) 測定部位の選択	I-30

(2) 測定及び算出方法	I-31
6.3 短絡痕生成温度推定マニュアル	I-33
(1) 断面に観察された組織が Cu デンドライトの場合	I-33
(2) 断面に観察された組織が Cu_2O デンドライトの場合	I-35
7. 個別の手順～CS法マニュアル（断面にデンドライトが観察されない場合）	I-37
7.1 セルサイズ測定マニュアル	I-37
(1) セルサイズ測定のための顕微鏡写真の撮影	I-37
(2) その他記録すべき事項	I-38
(3) セルサイズ測定	I-39
(4) セルサイズ測定上の注意	I-41
(5) 短絡痕の体積算出	I-41
7.2 短絡痕生成温度推定マニュアル	I-43
(1) 参照用換算体積の算出	I-43
(2) 短絡痕生成温度の推定	I-44
8. 一・二次痕識別について	I-46
9. 謝 辞	I-47
参考文献	I-47

1. 手法の種類とその使い分け及び解析手順のおおまかな流れ

電源コードの一・二次痕^{注1)} 識別のための短絡痕生成温度推定手法には、大雑把に分けて短絡痕断面にデンドライト組織^{注2)} が観察された場合に適用するDAS法とデンドライト組織が観察されない場合に適用するセルサイズ法（以下「CS法」という。）の2法がある。

両法はいずれも、

- ・一次痕は出火前に生じる短絡痕であって、生成時の雰囲気温度が低い
- ・二次痕は出火後の火炎の中で生じる短絡痕であって、生成時の雰囲気温度は高い

といった短絡痕生成時の条件の差に着目した手法であり、短絡痕の断面組織から凝固時の冷却速度に影響を及ぼすと考えられる短絡痕の生成温度を推定するものである。

また、このうちCS法については、生成温度の推定結果に大きな影響を及ぼす短絡痕の体積を銅の密度(比重)を用いて求める方法(以下、「比重法」という。)と、比重法が適用できない場合に外観形状の観察結果、断面寸法から便宜的に概算値で求める方法(以下「概算法」という。)の2法に分かれる。

図1に実際に事故品の解析を行うケースを想定した解析手順のおおまかな流れを示す。

いずれの手法を適用するかについては短絡痕の断面を研磨した際に観察される結晶組織の種類次第であり、作業の大部分が終わるまで適用手法は決まらない。また、CS法でのみ必要となる素線数の確認や比重法による体積算出についても組織観察までの前処理段階で行っておく必要がある。

注1) 一・二次痕：火災現場で見られるコード短絡痕のうち、出火の原因となったと考えられる短絡痕を一次痕。出火後、火災の炎によってコード被覆が絶縁破壊し、生じた短絡痕を二次痕という。

注2) デンドライト組織：樹枝状(木の枝のような形状)に成長、発達した結晶組織。

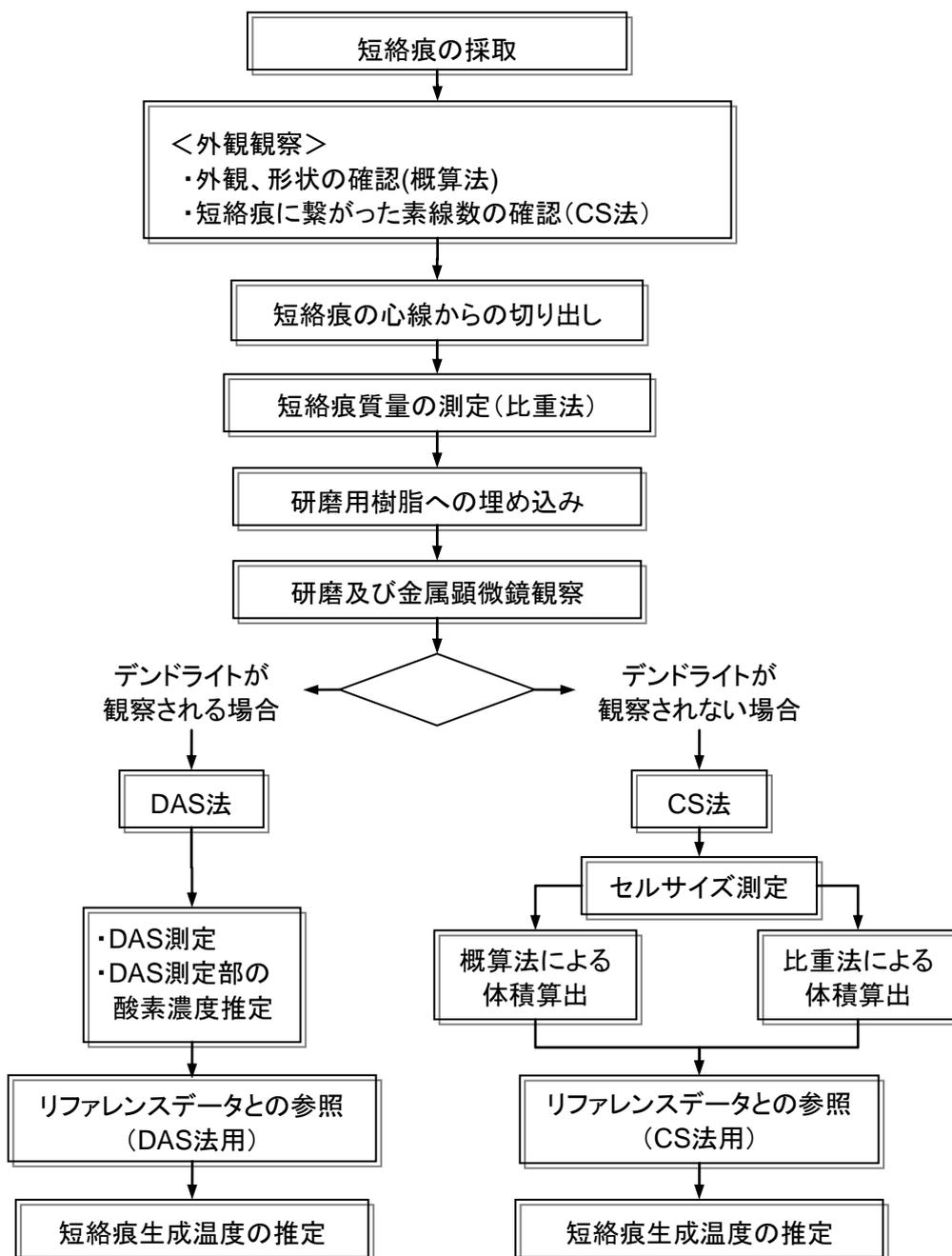


図1 DAS法及びCS法 使い分けフロー図

2. 適用範囲

本手法は、電源コード^{注3)}の短絡痕^{注4、5)}であって、その断面組織に銅-酸素系合金組織がみられる^{注6)}ものに適用する。

注3) 本手法は、導体の断面積が0.75～1.25mm²の燃り線を用いた電源コードを想定しており、断面径の大きなものやVVFなどの単線によるケーブルなどについては未調査であることから対象外とする。

注4) 火災現場から採取される電源コードの溶融痕としては、短絡痕以外に過電流によって溶断した溶融痕がある。いずれの場合にも火災原因として考えられるが、半断線などによって片極のみが過電流により溶断した場合、通電によるジュール熱で心線が銅の融点を超えて溶断し、溶融痕は高温となった心線に付着して凝

固するため、結晶サイズが雰囲気温度を反映しないことが考えられる。したがって、例えば火災現場から採取された溶融痕のうち、片極のみが溶断しているような外観上明らかに短絡による溶融痕でないと考えられるものについては、本法の対象外とする。

注5) 火災現場の床などに飛散した溶融痕については、いずれのコードから生じたものか不明であるほか、痕跡が生じた時点でコードから分離されていることによってコード断線部に生じた痕跡と凝固時の条件が大きく異なることが想定されることから対象外とする。

注6) 適用断面組織は、後述する銅-酸素系合金組織のみであり、例えば、ステープルを介して生じた短絡痕や、すずめっきされた素線を用いたコードの短絡痕などで、銅-酸素系合金組織以外の組織は対象外とする。

3. DAS法及びCS法の選択

前述のフローのとおり、研磨後の痕跡断面にデンドライト組織が観察される場合はDAS法を、そうでない場合はCS法を選択する。したがって、本手法の選択に際しては短絡痕の断面に観察される組織の種類を把握しておく必要がある。

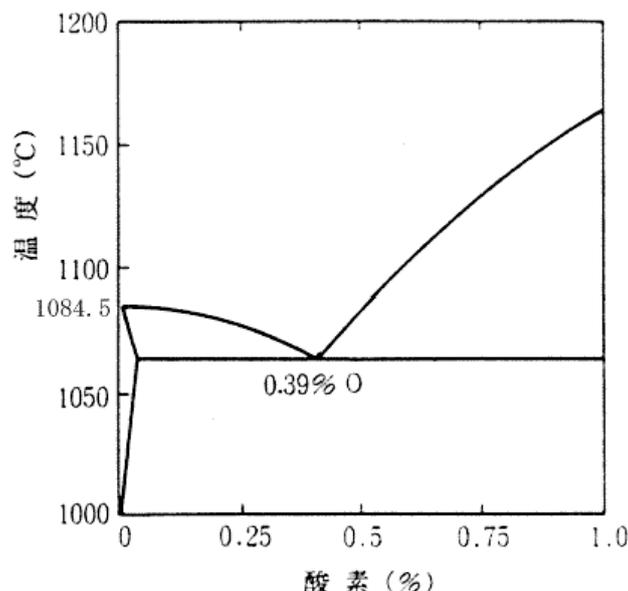


図2 銅-酸素系状態図³⁾ (%は重量%)

図2は、銅-酸素系二元合金の状態図であるが、図の左側ほど銅の濃度が高く(0%の位置が「銅=100%」)、右側ほど酸素の濃度が高くなることを示している。

また、図の縦軸は、合金の融点を示し、銅100%のときの融点は1084.5°Cで、そこから酸素濃度が高くなるにしたがい融点は一旦低下するが、酸素の濃度が0.39wt%を超えると融点は上昇する。

短絡痕の断面に観察される組織も酸素の濃度0.39wt%を中心に、それ以下、それ以上の場合で写真1、2のように変化する。

3.1 DAS法

写真1の①及び③のようにデンドライト組織が観察される場合にはDAS法を選択する。

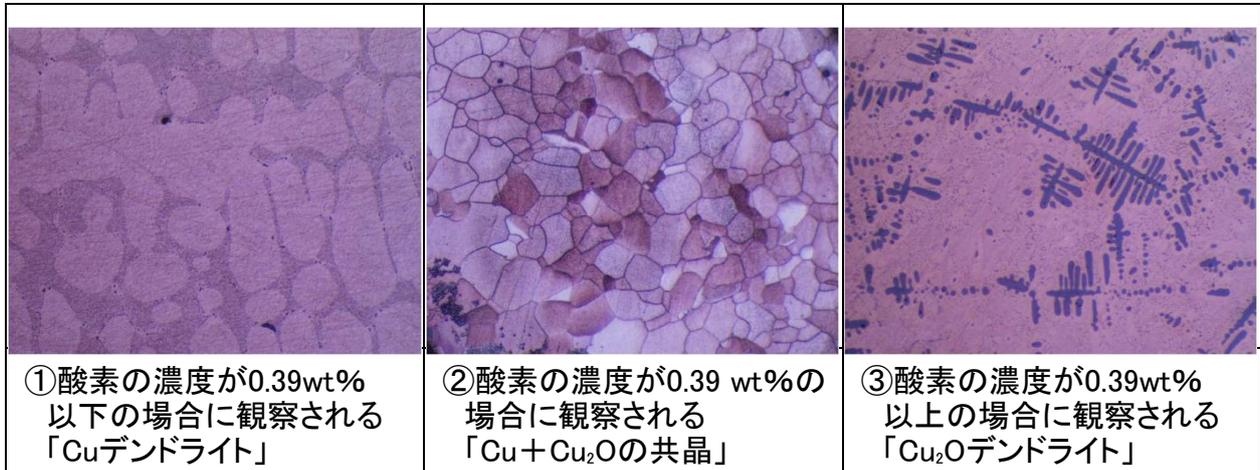


写真1 酸素の濃度変化による断面組織の変化

ただし、2. 適用範囲において、適用対象組織を「銅-酸素系合金組織」と述べたが、写真1の②のCu+Cu₂Oの共晶についてはデータが未整備であり対象外とする。

なお、これまで当所で行ってきた事故品解析では、CS法が適用されるケースが圧倒的に多く、観察面の全面がCu+Cu₂Oの共晶で覆われたものが観察された事例はこれまで無い。

3.2 CS法

写真2のように酸素の濃度が約400ppm以下の場合、短絡痕の断面にはデンドライト組織が観察されないことから、この場合はCS法を選択する。

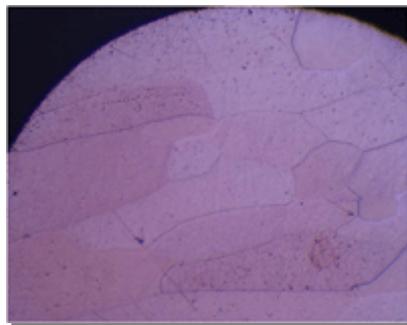


写真2 デンドライトが観察されない短絡痕の断面
酸素の濃度が約400ppm以下の場合に観察されるCu組織

こうした本手法の選択に関する条件を踏まえたうえで、以降、両法の概要について説明する。

3.3 DAS法の概要

「DAS」とは「デンドライト・アーム・スペーシング (Dendrite Arm Spacing)」の略であり、図3に示すような断面組織において、隣接する二次枝間の中心間距離である。

(1) DASの定義

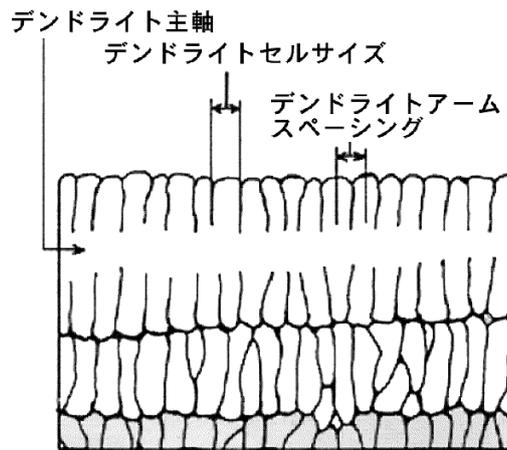
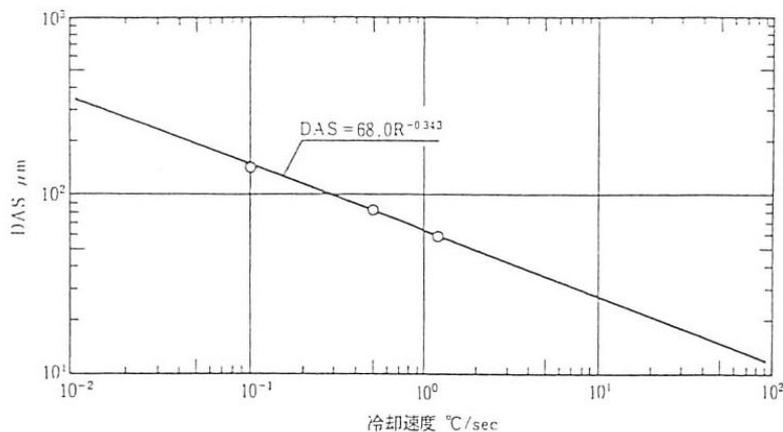


図3 DAS名称図 ⁴⁾

(2) DAS法の原理

DAS法では、グラフ1のとおり、「DASが冷却速度に依存して変化する」という性質を利用している。



グラフ1 DASの性質 ³⁾

こうした現象は、冷却速度が遅くなるほど凝固終了までの間に生じる二次枝の痩せ、主軸からの分離、主軸への吸収といった現象によってもたらされると考えられている(図4参照)。

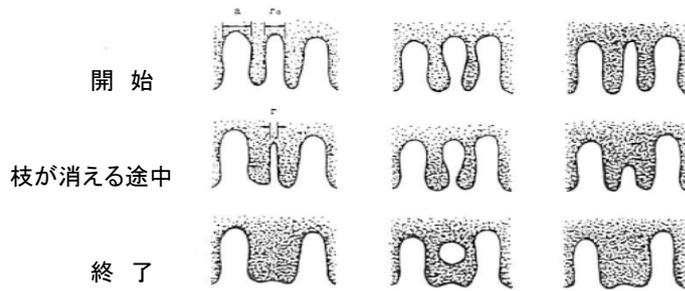
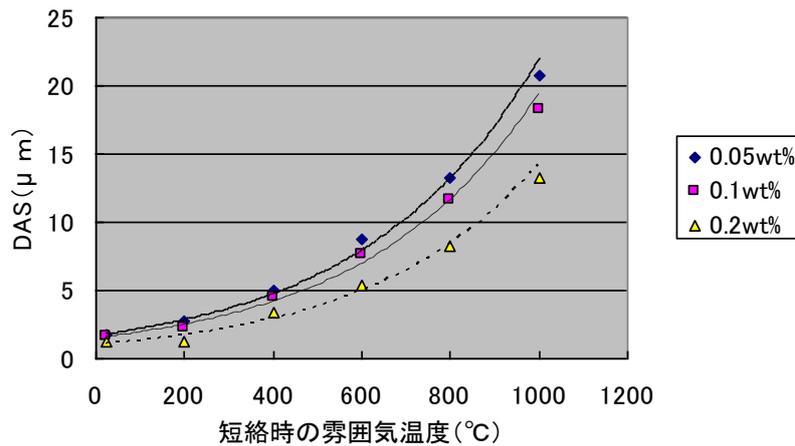


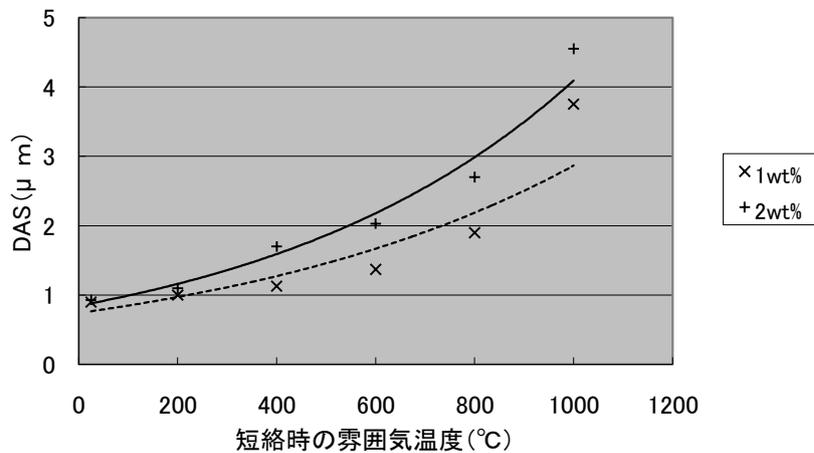
図4 DAS拡大モデル³⁾

当所ではこうしたDASの特性を利用し、冷却速度に大きな影響を及ぼすと思われる雰囲気温度を変えながら酸素の濃度別に短絡痕を作製し、DASと短絡痕生成時の関係を調べてみた。

その結果はグラフ2及び3のとおり、Cu dendライト、Cu₂O dendライトのいずれの領域においても良好な指数回帰をとった。



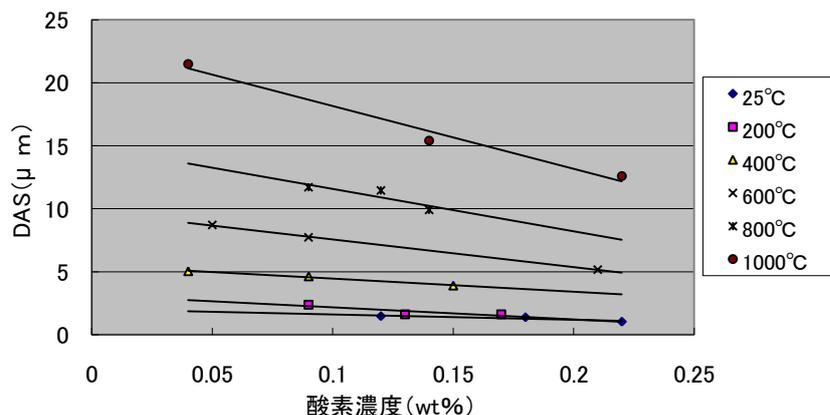
グラフ2 Cu dendライトにおける短絡時雰囲気温度による DAS の変化



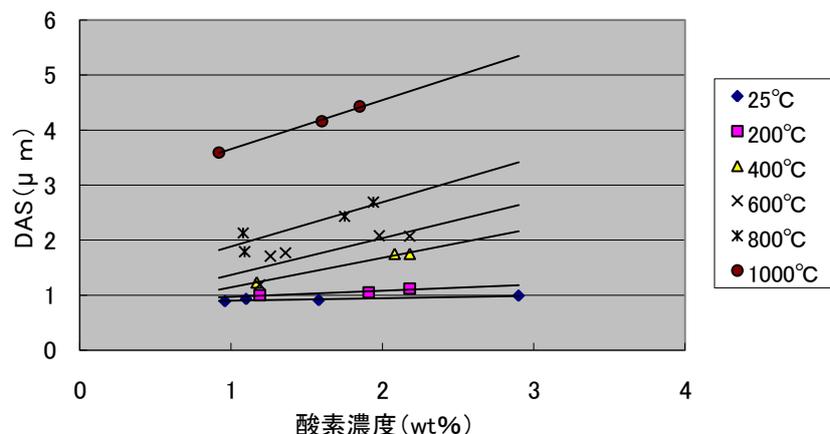
グラフ3 Cu₂O dendライトにおける短絡時雰囲気温度による DAS の変化

これらの結果、「短絡痕サンプルの酸素濃度とDASを測定することにより短絡時の雰囲気温度の推定が可能である」と考えるに至った。

また、短絡時の雰囲気温度別に酸素の濃度とDASの関係を調べたところ、Cuデンドライトの場合、Cu₂Oデンドライトの場合のいずれも直線回帰をとった(グラフ4及び5参照)。



グラフ4 Cuデンドライトにおける短絡時雰囲気温度別の酸素濃度とDASの関係



グラフ5 Cu₂Oデンドライトにおける短絡時雰囲気温度別の酸素濃度とDASの関係

DAS法ではこれら異なる2つの酸素濃度領域別(断面に観察される結晶組織の種類別)グラフを参照データとし、事故品から採取した短絡痕の酸素濃度を基に直線回帰式から各温度におけるDASの値を推定する。

さらに推定された各温度におけるDASを、雰囲気温度を横軸とするグラフ上にプロットして、最小二乗法により指数回帰式を求め、この回帰式に実際に測定した事故品短絡痕のDASを代入して短絡時の雰囲気温度を推定する。

3.4 CS法の概要

(1) セルサイズの定義

セルサイズとは写真3に示すような電源コード短絡痕の断面において観察される結晶粒界で囲まれた領域をセルとして、定められた方法により引いた直線の長さを粒界との交点数から1を減じた値で割ることによって求められる値である。

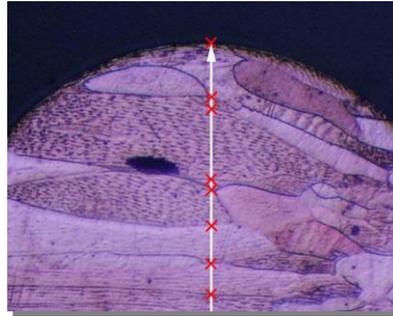


写真3 実験短絡痕におけるセルサイズ測定の実例
(写真中の×印が粒界)

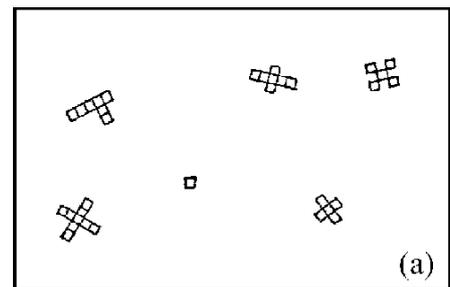
(2) セルサイズ法の原理

① 結晶粒界の発生とセル

次の図(a)~(d)は、金属が溶融状態から凝固生成する過程を示したものである。

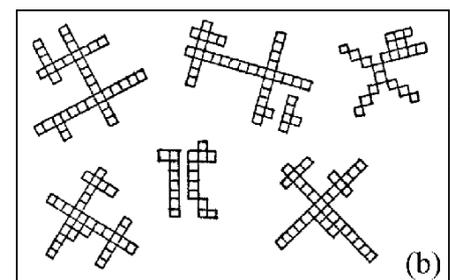
CS法では結晶粒界で囲われた結晶粒の幅を測定することから、まず結晶粒界の発生について説明する(図及び説明文⁵⁾)。

- a. 初め溶融状態にあった金属が冷却してくると溶融金属内の各所に結晶のもととなる核(又は結晶核)を生ずる。

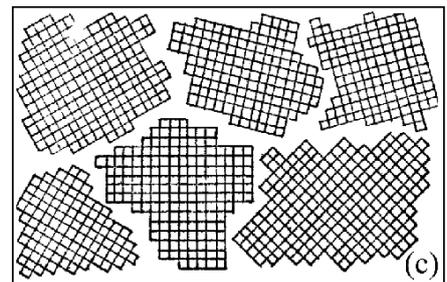


- b. 次いでこの各々の核を中心として結晶が成長発達する。

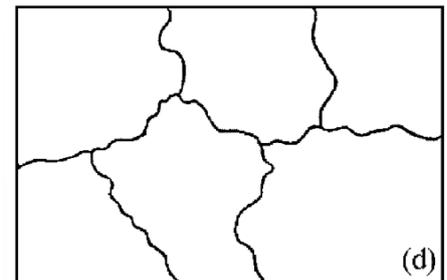
模型のように積み木を各々の核を中心として並べてゆく場合に、その配列法は全く同じであったとしても、核を中心とするそれぞれの積み木の群の方向は決して同一方向を指して進むものではない。



c. 結局右図に見るように数個の積み木の群(結晶の群)が衝突して不規則な境界線を生むようになる。



d. このようなそれぞれの境界を示す結晶群の一個一個を結晶粒、境界を結晶粒界と名付ける。金属を研磨後腐食すると結晶粒の粒界が侵され、さらに強い腐食によって結晶組織の全体が顕微鏡下に明らかにされる。

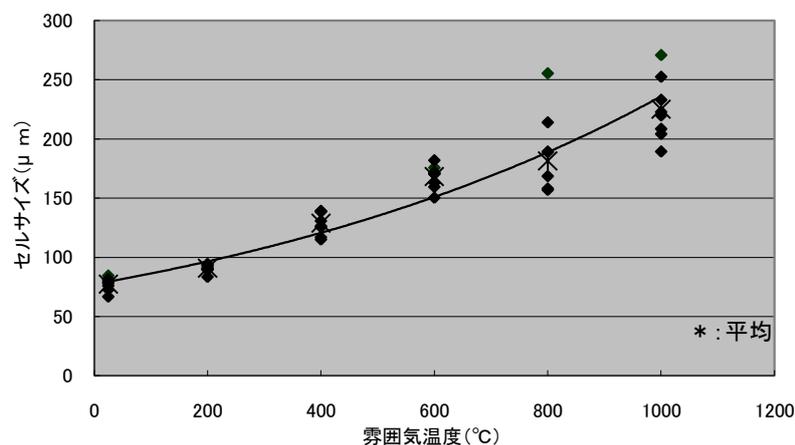


電源コード短絡痕においても、短絡によるエネルギーを受けて溶融、凝固する過程は図示したものと同様である。

本法では、この粒界で囲まれた領域をセルと呼ぶ。

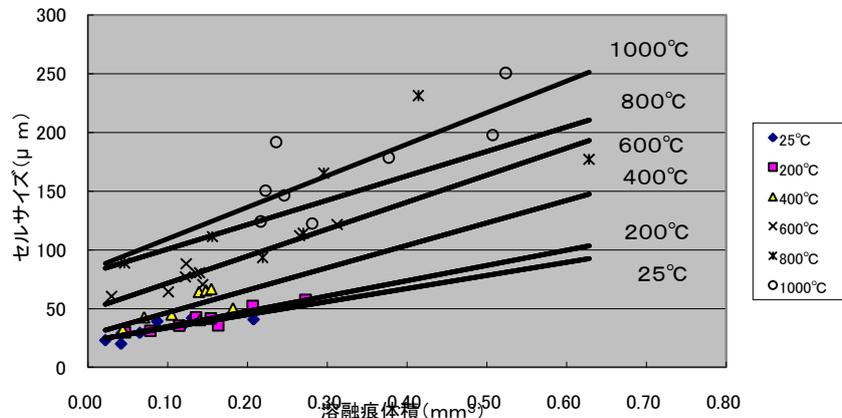
② セルサイズと短絡時の雰囲気温度

当所において短絡時の雰囲気温度を変えながら実験短絡痕を作製し、第Ⅱ章 3. (p.Ⅱ-27)に示す方法によりセルサイズを測定したところ、グラフ6に示すような結果が得られた。



グラフ6 短絡時雰囲気温度によるセルサイズの変化

また、その外形、断面における直径等から推定した短絡痕体積と雰囲気温度別サンプルのセルサイズは、下のグラフ7のとおりとなった。



グラフ7 短絡時雰囲気温度によるセルサイズの変化

フーリエの法則によれば、伝導による熱流束は物質の熱伝導率と温度勾配に比例する。本実験において同一雰囲気温度の場合に温度勾配が等しいと仮定すると、溶融痕の冷却速度は痕跡の熱容量(体積に比例)が大きくなるほど冷却速度は遅くなり、セルサイズが大きくなるものと思われる。

この結果、事故品短絡痕の体積を推定することにより、グラフ7で与えられた直線回帰式から当該短絡痕の各温度におけるセルサイズを推定することが可能となる。

CS法においてもDAS法同様に、これらの直線回帰式から得られた結果を温度を横軸、セルサイズを縦軸とするグラフ上にプロットし、その値を元に最小二乗法により指数回帰式を求め、その式に事故品短絡痕のセルサイズを代入することで短絡時の雰囲気温度を求めることができる。

本法は、こうした短絡痕セルサイズの特徴を利用し、事故現場から採取された短絡痕のセルサイズ及び体積から短絡が生じたときの温度を推定するというものである。

4. 実際の手順

ここからは、当所で実際に行っている解析手順を紹介する。

推定手順の概要で述べたとおり、DAS 法と CS 法のいずれの手法を用いるかは断面にデンドライト組織が観察されるか否かで決まる。したがって、サンプルの採取、研磨、断面組織観察といった前処理については共通の手順となる。

ここではまず共通の手順について述べた後、それぞれ固有の手順を示すこととするが、その前に解析のおおまかな流れと、各作業について参照すべきマニュアルを図1-1~1-3に示す。

{当該マニュアル中での記載場所}

{作業の流れ}

<5. 共通の手順>

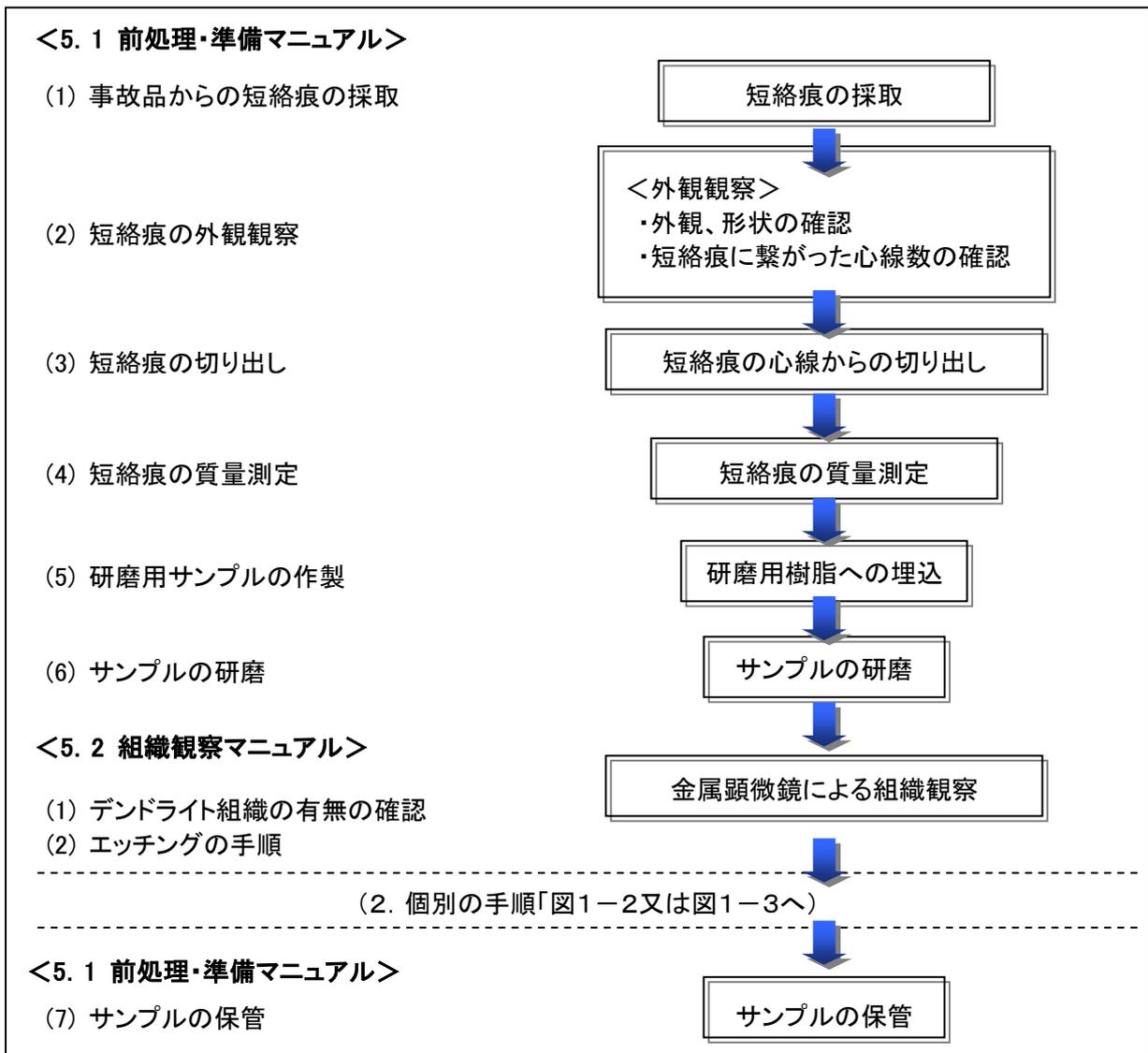


図1-1 作業の流れとマニュアルの記載場所(共通の手順に関するもの)

<6. 個別の手順～DAS 法マニュアル(断面にデンドライトが観察される場合)>

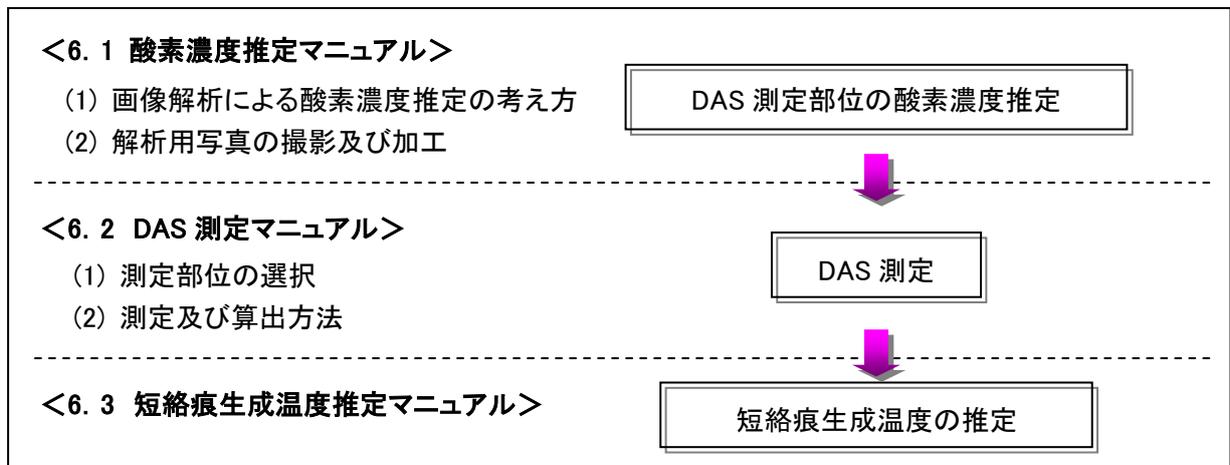


図1-2 作業の流れとマニュアルの記載場所(DAS 法)

<7. 個別の手順～CS 法マニュアル(断面にデンドライトが観察されない場合)>

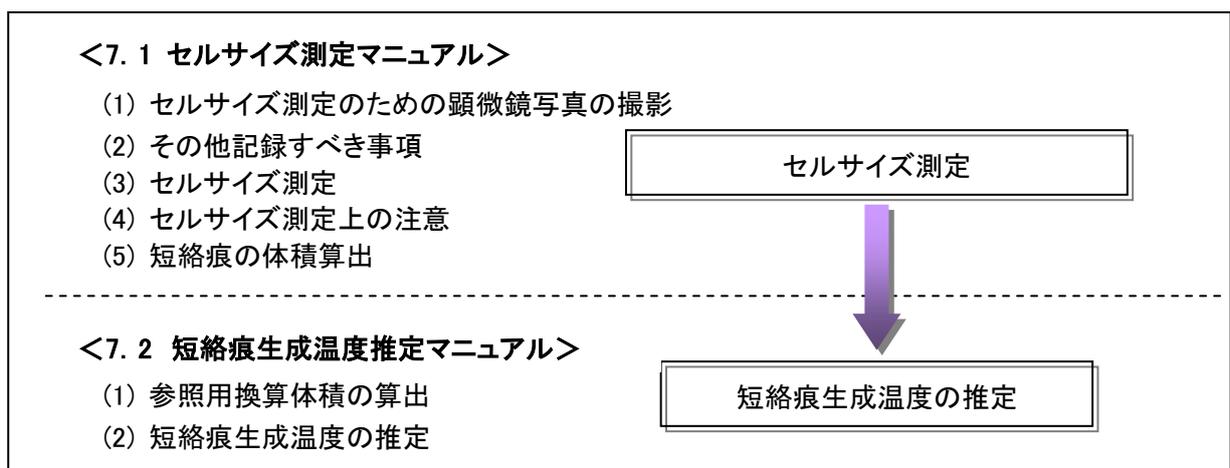


図1-3 作業の流れとマニュアルの記載場所(CS 法)

5. 共通の手順

図1-1で示したとおり、ここでは事故品からの短絡痕の採取から樹脂中に埋め込んだ短絡痕サンプルの研磨までを含むいわゆる前処理段階と、研磨後において適用手法を決める際に重要となる組織観察のためのマニュアル、ひとつおりの解析が終了した後でサンプルを保管する際の手順及びポイントなどについて記載する。

5.1 前処理準備マニュアル

ここではこうした両法に共通した手順のうち、

- (1) 事故品からの短絡痕の採取
- (2) 短絡痕の外観観察
- (3) 短絡痕の切り出し
- (4) 短絡痕の質量測定
- (5) 研磨用サンプルの作製
- (6) サンプルの研磨

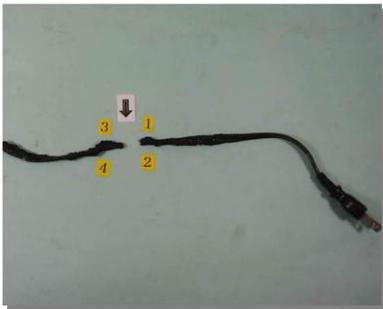
に関する方法及び手順を紹介する。

(1) 事故品からの短絡痕の採取



〈使用機器類〉

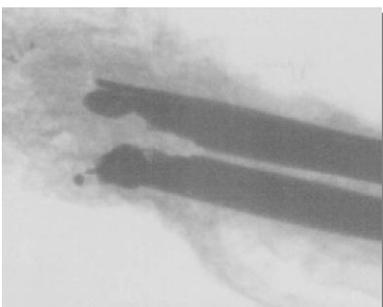
カメラ及び照明器具、ペンチ、ニッパ等の切断用工具



○短絡痕サンプル採取位置を記録するため解体前の事故品全体及び電源コード全体の写真を撮影する。

電源コードの短絡痕では、負荷側、電源側で最大合わせて4箇所の溶融痕が生じる。

いずれのサンプルがどの位置から採取されたものか記録するため、記号や番号を付して写真を撮影する。



○事故品の焼損程度が低い場合は、軟X線透視装置により短絡痕の発生位置を確認したうえで解体及びサンプル採取を行うことが望ましい。

痕跡の採取は、作業しやすい長さに切断したのち両極を分離させ、痕跡を露出させた状態にしてから行う。

(2) 短絡痕の外観観察

＜使用機器類＞

ルーペ、実体顕微鏡(カメラ付きが望ましい)、マイクロメータ、ピンセット等

○断面組織観察の結果、CS法を適用する場合は雰囲気温度の推定の際に溶融痕に繋がった素線の直径及びその本数が重要となる。マイクロメータで素線径を測り、ルーペや顕微鏡、ピンセットを用いて痕跡に繋がった素線数を数える。

ただし、痕跡が以下のようなものである場合は、体積計算が困難となり、断面にデンドライト組織が現れない場合は解析不能となる。

- ・短絡痕が激しい火災炎に晒されて表面が著しく酸化している場合
- ・痕跡表面が著しく酸化している上に外形が球形もしくは楕円球とみなせないものである場合
- ・痕跡が非常に小さく、心線部分と分離して切り出す作業が行えない場合

これらの事柄をまとめると、この作業でのポイント、対処の方法は図2のフローのとおりとなる。

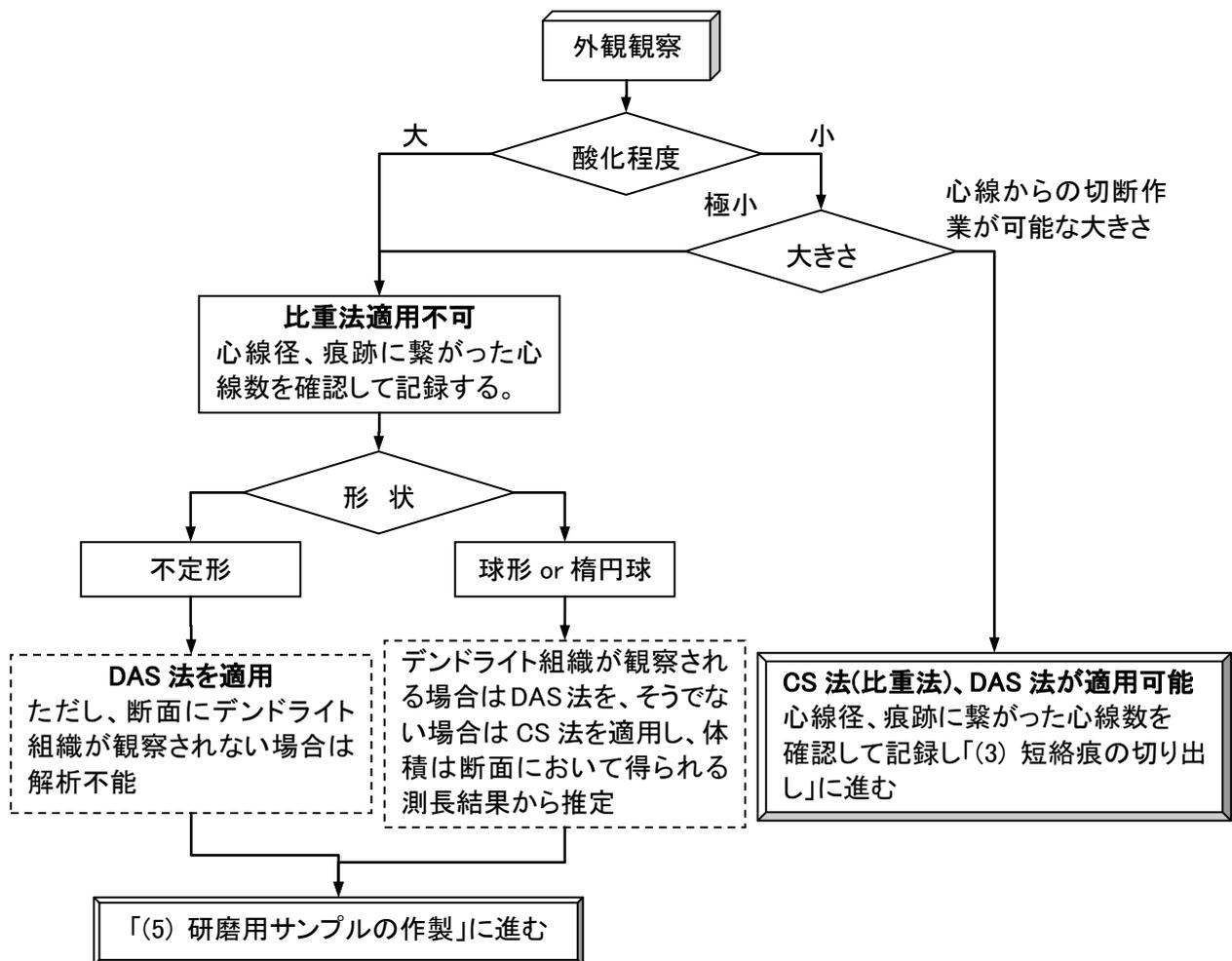


図2 外観観察における観察・記録のポイントと以降の作業方針の決め方

(3) 短絡痕の切り出し

<使用機器類>

ルーペ、実体顕微鏡、マイクロニッパなどの切断工具、マイクログラインダもしくはリューターなどの切削工具、超音波洗浄器、ドライヤ、ピンセット等



○外観観察の結果から比重法を用いたCS法が適用可能と判断された痕跡は、以降の作業で短絡痕のみの質量測定等を行う必要がある。このため(1)で大雑把に切り出した部分のうち、さらに短絡時に実際に溶融・凝固した部分のみを切り出す必要がある。



○マイクロニッパなどで予めできるだけ痕跡に近い部位で溶融していない素線部を切断する。さらに拡大鏡や実体顕微鏡を覗きながら痕跡部分を指先でつまむなどして反対の手に持ったマイクログラインダなどで余分な素線を取り除く。こうした非常に細かい作業が必要なことから、比重法はあまりに小さな痕跡には適用できない。

切り出しが終わったら、切削屑を取り除くため、超音波洗浄器を用いるなどして洗浄し、洗浄後は乾燥器(ドライヤ)を用いて素早く乾燥させる。

(4) 短絡痕の質量測定



<使用機器類>

天秤(質量を4桁程度まで計れるもの)、ピンセット等

○ (3)で切り出した短絡痕の質量を測定する。

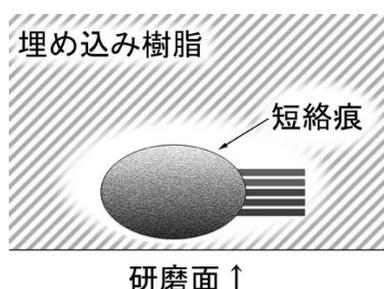
(5) 研磨用サンプルの作成



〈使用機器類〉

抜気用減圧装置(樹脂中に生じる気泡を防止する)、埋め込み樹脂、サンプルカップ、離型剤、バラスト、スペーサ(樹脂製のもの)等

樹脂には大別して常温硬化性樹脂、圧力成型樹脂があり、さらにアクリル、エポキシ、ポリエステル等種類も様々で、それぞれ硬度、収縮率、硬化時間などの特徴が異なる。当所では設備が簡便で済む常温硬化性樹脂を用い、樹脂には硬度が高く、収縮率の小さいエポキシ樹脂を使用している。



○痕跡サンプルは、その延長方向が研磨面に対して平行になるような状態で埋め込む。

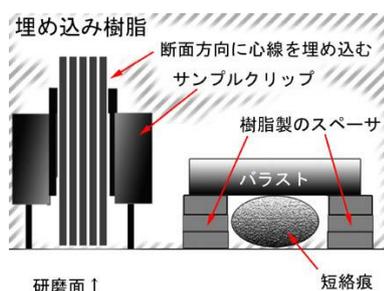
また、痕跡表面に付着した炭素化物等は研磨傷の原因となることがあるため、できるだけ除去しておく必要があるが、表面に酸化層が生じている場合は、できるだけ脱落しないよう短絡痕に付着した状態のまま埋め込む。



○常温硬化性樹脂を用いてサンプルを作製する場合、抜気操作の際、痕跡が軽量であることから、樹脂内で浮遊、移動することがある。

このため当所では痕跡サンプルを、金属製プレートなどを利用したバラスト上に瞬間接着剤を用いて固定している。

なお、常温硬化樹脂は主剤と硬化剤を一定割合に混合して用いるが、冬季には樹脂及び硬化剤を予め 35℃程度の乾燥機中で暖め、混合後も乾燥機中で硬化させるなどしている。



○痕跡が複数ある場合は、それぞれ別のカップに埋め込む。また、痕跡の両脇にはバラストを研磨しないようにその高さに合わせて樹脂板数枚貼り合わせたものをスペーサとしてバラストに接着する。

酸化層の厚さを近傍素線の断面から測定する場合は、左図のように断面方向に埋め込む。専用のサンプルクリップ(樹脂製)を用いるとよい。



○カップの内壁部分に離型剤を塗布しサンプルを静置したら、静かに樹脂を注入する。このとき、サンプル名、番号等を記入した紙片を入れておくと観察時のサンプルの識別が容易である。

カップへ樹脂を注入した後は抜気操作を行い、静かに大気圧へ戻し硬化を待つ。

(6) サンプルの研磨



○研磨には手研磨と自動研磨機を用いた機械研磨がある。

前者は、比較的安価な設備により実施可能で、常に研磨面を観察しながら作業を行うことができることから良好な研磨面を得やすいが、作業には熟練が必要である。当所では機械研磨を採用している。

以下、当所での実例を紹介する。



○使用機器等

自動研磨機、研磨紙、研磨バフ、研磨剤、エッチング液
超音波洗浄機、乾燥機等



○サンプルカップから取り出したサンプルのエッジ部分にバリが生じていないか確認する。

バリが生じている場合は研磨紙等を用いて取り除く。

また、冬季は離型剤を使用していてもカップからサンプルが抜けにくくなるので、温水中で暖めた後、カップから取り外す。

ただし、この場合は、一時的に樹脂がやや軟化するため、水道水等で冷やすか、もしくは暫時放置する。



○バリを取り除いたサンプルをサンプルホルダーに取り付ける。

○研磨条件

以下の表 1 に基本的な研磨条件を掲げる。

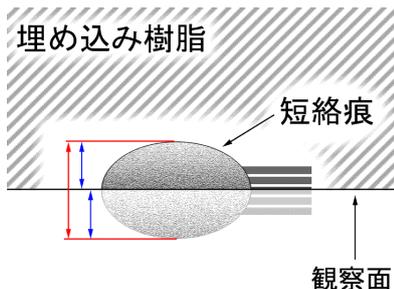
ただし、これらの条件は目安であり、実際には極小短絡痕で#320 を省略したり、逆に大きなも

のについては#320 で数十秒間研磨するなど、研磨面の状態を確認しながらその都度条件を設定している。

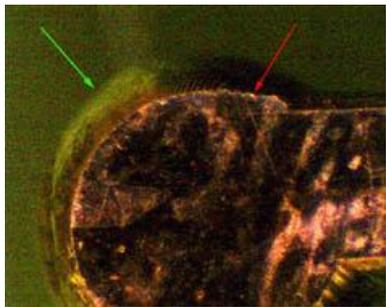
特に CS 法においては、短絡痕を可能な限り中央部まで研磨してセルサイズを測定する必要があることから、研磨条件の設定には注意を要する。

たとえば、#400 において観察面が痕跡中心部まで達している状態は、その後#600 で研磨が進行することを考えれば、既に削りすぎということになる。大まかな目安として当所では#600 で希望の観察面に達するよう心がけている。

なお、段階ごとにサンプルを超音波洗浄し、研磨屑による研磨面の損傷を防止している。



痕跡の研磨深度は、左の図に示すとおり
 ・赤矢印の線の 1/2 の深さまで
 ・2 本の青矢印の長さが等しい
 状態まで研磨することすることが望ましい。



○暗視野観察による研磨深度の確認について

左の写真は研磨中サンプルを金属顕微鏡の暗視野で観察したものである。

明視野において観察されるのは赤矢印部分だが、痕跡の最大径は緑矢印である。

このサンプルについては、さらに研磨する必要がある。

特にCS法においては、緑矢印の領域と赤矢印の間の領域ができるだけ小さくなるように研磨する必要がある。

表 1 基本的な研磨条件

工程	研磨紙等	処理時間(秒)	押圧加重 (LBS/1 サンプル)	回転数 (r.p.m)	研磨剤等	
粗研磨	耐水 研磨紙	#320	(必要に応じ適宜)	4	150	なし。 但し、研磨中は流水により研磨面及び研磨ディスクを冷却。
		#400				
		#600				
		#800				
		#1200				
中間研磨	中間研磨用バフ	240	5	120	人工ダイヤ 3μ m	
最終仕上げ	最終仕上げ用バフ	45~60	7	120	0.05μ m アルミナ	



○最終研磨の終了後は、サンプルホルダー上のサンプルを顕微鏡観察し、研磨が良好ならばサンプルを取り外す。

観察するサンプルを1個ずつコットンパフ等を用いて流水中で軽くこすり洗いする。



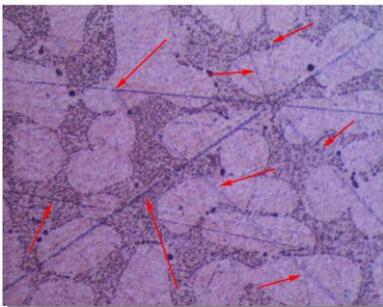
○柔らかいペーパータオル(通常のパイル付きコットンタオルは不適)に押しつけ水分を取り除く。



○さらに乾燥機により素早く乾燥させる。



○組織観察の前には研磨面の状況に応じて、手に持ったサンプルをバフを貼った回転中の研磨ディスク上に軽く押しつけて手研磨様の操作を行う。



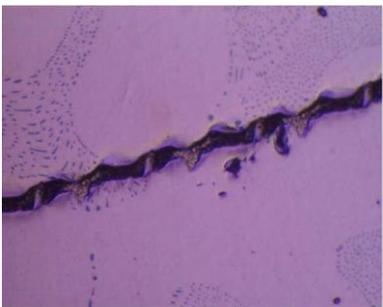
○研磨傷

研磨面上に直線的に生じる(赤矢印)。

前段階までの研磨又は洗浄が不十分な場合に生じる。

DAS法において、亜酸化銅の濃度を求めるために色差による面積率を算出する場合は、研磨傷と組織の識別が可能な程度の研磨で十分である。

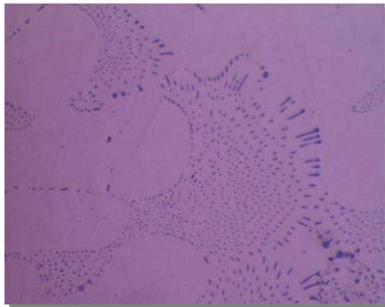
(左の写真は酸化組織 Cu 初晶が観察されているサンプルでの研磨傷)



○研磨中に脱落した非溶融部の素線による損傷
粗研磨からの再研磨が必要。



〈輪じみの生じたサンプル〉



〈除去後〉

○輪じみ

乾燥までに時間がかかった場合に生じる。

特にコットンタオルなどではパイルの凹部分で水分が除去されず、徐々に乾燥することで生じる。

再度、流水中でこすり洗いすることで容易に除去することができる。

左上の除去前のサンプルを流水中で軽くこすり洗いしたのちのもの。

上の写真で赤丸中の輪じみは消えている。

(7) サンプルの保管



○使用機器及び資材等

シリカゲル入りデシケータ、薄層クリア樹脂スプレー



○薄層クリア樹脂スプレー

サンプルである Cu の研磨面は鉄鋼材料ほどではないが、放置した場合には酸化の影響を受ける。

研磨後はサンプル面に薄層クリア樹脂を吹き付け、大気との接触をできるだけ避けるようにする。



○シリカゲル入りデシケータへの保管

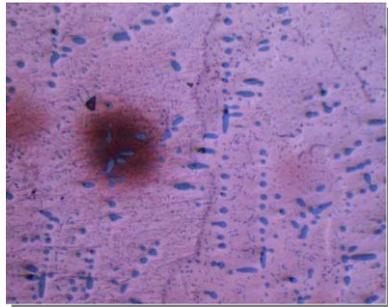
樹脂コートしたサンプルはシリカゲル入りデシケータ中で保管し、表面の酸化防止に努める。



○再観察が必要な場合

薄くコートされたクリア樹脂は、粘着テープにより容易にはく離する。

必要な場合には再研磨を行う。

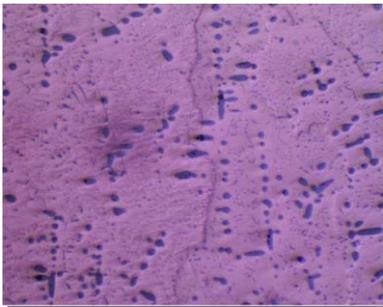


○再研磨

左の写真は、保管中に酸化・腐食が生じたサンプル

保管中に部分的に酸化・腐食が生じたものについては、流水中での洗浄又は手研磨でのバフ掛けでは完全には除去されない。

完全に除去したい場合は#600 前後からの再研磨が必要。



上の写真のサンプルを、手研磨にてバフ掛けを行ったもの。僅かに腐食の後が窺えるが、CS 法では結晶粒界が確認できればよいため、再度写真を撮影する場合を除いて粗研磨からの再研磨は不要、とも言える。



○再研磨時の注意

自動研磨機において、一旦サンプルクランプから取り外したサンプルを再研磨する場合は、すでにある研磨面が水平になるようクランプに取り付ける。

写真は専用の面出し工具を用いてサンプルに対して垂直な押圧加重を加え、サンプルを水平に固定しているところ。

5.2 組織観察マニュアル

前掲1. 1に示す前処理が終わったサンプルは組織観察の対象となり、以下の図3に示したフローに従って、解析を行う。

ここでは、適用する識別手法を選択する上で重要となる断面組織の顕微鏡観察に関する手順について断面組織の例などを挙げながら紹介する。

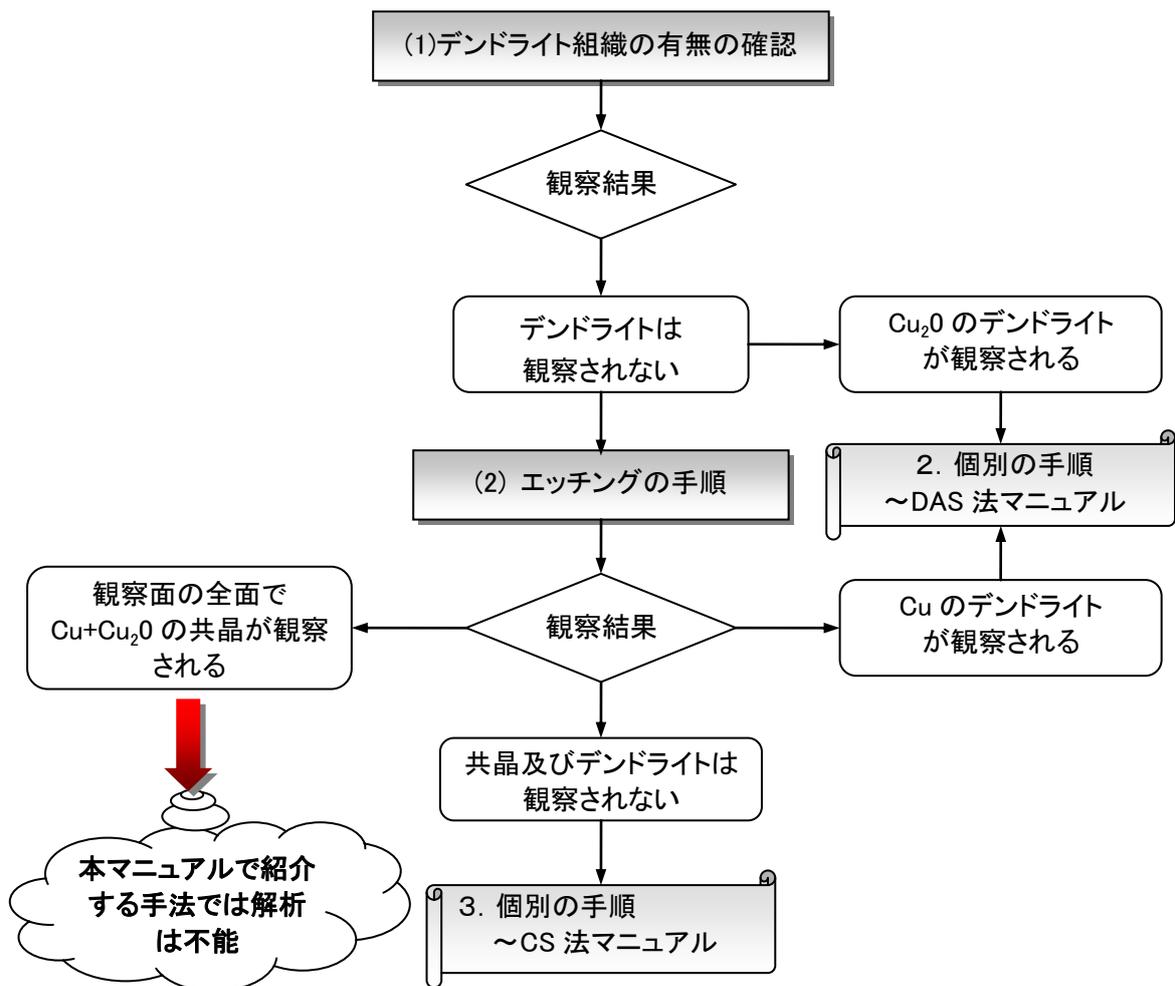


図3 研磨完了後の作業フロー

(1)デンドライト組織の有無の確認



〈使用機器類〉
金属顕微鏡

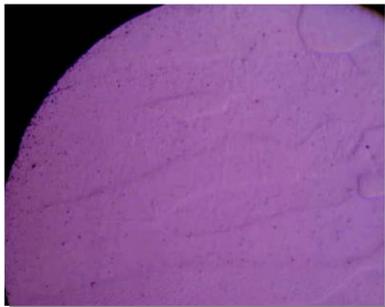
左の写真は当所で使用している金属顕微鏡。
赤矢印は顕微鏡用デジタルカメラ。

○電源コード短絡痕の断面で観察される組織

電源コードの短絡痕では、素材である銅による凝固組織のほか、短絡前に被覆が損傷し、外気と触れることによって銅線が酸化したのち短絡した際に現れる Cu デンドライト、Cu₂O デンドライトといった酸化組織が主に観察される。

研磨終了後、未エッチング状態では、以下の写真のように観察される。

写真はいずれもφ 0.4mm の銅線を真空加熱炉中で強制短絡させたもの



★銅の凝固組織

デンドライトが観察されないタイプで、CS法の適用対象となる組織。

左の写真では既に測定対象となる結晶粒界がみられる。電源コード短絡痕でもっとも多く観察されるタイプ。



★Cu デンドライト

Cu と Cu₂O の合金において、酸素濃度が 0.39wt%以下で観察される組織。斑点状又は薄紫色の共晶の海にページュの島が浮いているように見える。

ただし、エッチング前の状態では初晶部と共晶部のコントラストが弱いため、観察しにくい場合がある。

DAS 法の適用対象となる。

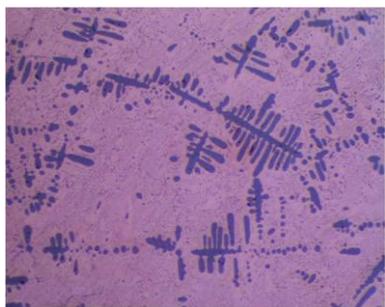


☆Cu と Cu₂O の共晶

Cu と Cu₂O の合金において、酸素 0.39wt%で観察される組織。

斑点状組織またはやや薄紫色のグラデーションが観察される。エッチング前の状態では銅の凝固組織と見分けにくい場合がある。

一・二次痕識別のための手法は未確立だが、この組織が現れる亜酸化銅濃度の範囲は狭く、電源コード短絡痕において、左の写真のように断面全面が共晶で覆われるケースは極めて希と思われる。



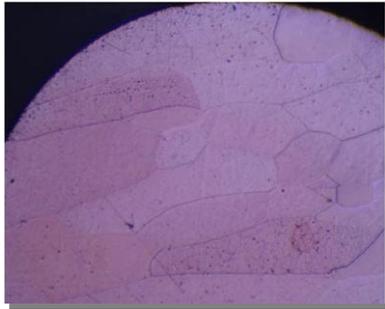
★Cu₂O デンドライト

Cu と Cu₂O の合金において、酸素が 0.39wt%以上の場合に観察される組織。

斑点状又は薄紫色の共晶の海に青～紺色の島が浮いている状態で観察される。

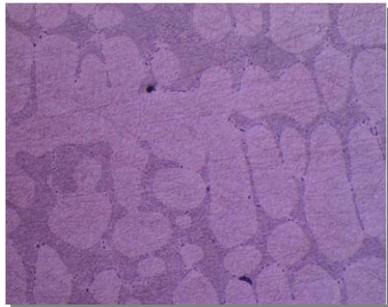
一・二次痕識別に際しては DAS 法の適用対象となる。

研磨直後の状態でコントラストが強いため、エッチングは施さない。



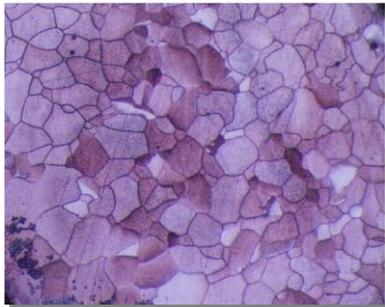
★銅の凝固組織

前ページのサンプルをエッチングしたもの。
結晶粒界がよりはっきり観察される。



★Cu デンドライト

エッチングにより、島のように浮いたデンドライト部分が
はっきりと観察されるようになる。



☆ Cu+Cu₂O の共晶

銅の凝固組織についても、左の写真のような粒状の組織が
観察されることがあるが、エッチング後の共晶組織では高倍
率で観察すると、粒界に緻密で微細な点状の組織が観察さ
れる。

これらの例のとおり、エッチング前の状態ではわかりにくかった組織も、エッチングにより観察、
識別が容易となる。

Cu₂O デンドライトが観察される場合以外は、エッチングを行った上、組織の確認を行い、デン
ドライトが観察される場合は、DAS 法を、そうでない場合は CS 法を適用する。

(2) エッチングの手順



○使用資材等

洗浄びん(エッチング液用、洗浄用)、綿棒、時計皿、コットンパ
フ等

Cu 及び Cu 合金で用いられるエッチング液は、ページⅡ-16
の表2に示す(当所では重クロム酸カリウムを使用)。

当所で実際に行った簡便な方法を3種類紹介するが、エッチングは過度にならないようサンプ
ル面を観察しながら行うこと。



<方法1>

洗浄びんを用いてサンプル面にエッチング液をふきかけた直後、同様に洗浄びんを用いて洗浄水をふきかけ、十分洗浄する。

さらに流水中でコットンパフを用いて研磨面を洗浄し、素早く乾燥させる。



<方法2>

綿棒の先端にエッチング液を適量滴下し、研磨面上を数回程度往復させる。

洗浄びんの水により十分洗浄し、さらに流水中で洗浄したのち素早く乾燥させる。

エッチング液の作用が強い場合に用いる。



<方法3>

時計皿にエッチング液を滴下し、サンプルを浸す。

洗浄、乾燥の手順は前述の方法2に同じ。

エッチング液の種類、濃度によって、秒単位での時間を要する場合に用いる。

時計、メトロノーム等を使用することでエッチング条件を統一できる。

表 2 Cu 及び Cu 合金用エッチング液

	エッチング液	調 製	
		試 薬	量
1	アンモニア水	NH ₄ OH	50ml
		H ₂ O ₂ (3%)	20~50ml
		水	0~50ml
2	重クロム酸カリウム	K ₂ Cr ₂ O ₇	1g
		H ₂ SO ₄	4ml
		NaCl	1.5g
		水	50ml
3	無水クロム酸	CrO ₃	60g
		水	100ml
4	塩化第二鉄	FeCl ₃	60g
		Fe(NO ₃) ₃	20g
		水	200ml
5	過硫酸アンモニウム	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈	10g
		水	100ml
6	水酸化ナトリウム	NaOH	10g
		水	100ml

6. 個別の手順～DAS法マニュアル(断面にデンドライトが観察される場合)

ここでは、DAS 法特有の以下の手順について記載する。

2. 1 酸素濃度推定マニュアル

- (1) 画像解析による酸素濃度推定の考え方
- (2) 解析用写真の撮影及び加工
- (3) その他の方法

2. 2 DAS マニュアル

- (1) 測定部位の選択
- (2) 測定及び算出方法

2. 3 短絡時雰囲気温度推定マニュアル

6.1 酸素濃度推定マニュアル

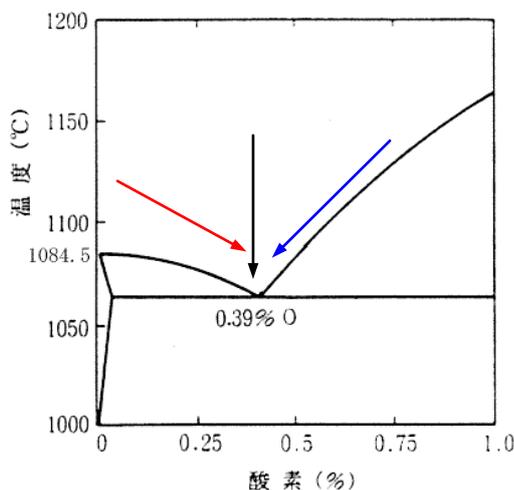
DAS 法における一・二次痕識別では、サンプルの DAS 及び酸素濃度を知る必要がある。ここでは、サンプルの酸素濃度を推定するための手順を記載する。

(1) 画像解析による酸素濃度推定の考え方

当該手法では、金属顕微鏡により観察・写真撮影を行った画像を基に、各組織の面積割合を求め、そこから画像解析による酸素濃度測定を行う。

Cu-O 系の二元合金を溶融～凝固させたとき、酸素濃度が 0.39wt% 以下の場合、最初に Cu が晶出し、液相部分の酸素濃度を上昇させながら凝固が進行する。逆に 0.39wt% 以上の場合には Cu_2O が最初に晶出し、液相部分の酸素濃度を低下させながら凝固が進む。いずれの場合においても、残った液相部分の酸素濃度が 0.39wt% になった時点で凝固が完了し、共晶組織を生じる。

したがって、Cu デンドライト部の酸素濃度は 0wt%、それ以外の領域は共晶であることから 0.39wt%。 Cu_2O デンドライト部については、11.181wt%、それ以外の領域は共晶であることから 0.39wt% と考えることができる。



こうしたことから、ある視野内においてそれぞれの面積割合を測定することで、酸素濃度の推定が可能となる。



Cu デンドライトが生じるときの凝固過程



Cu_2O デンドライトが生じるときの凝固過程



基本的には、いずれのデンドライトの場合においても酸素濃度 0.39wt% において凝固が完了する。

<濃度算出の方法>

各サンプルから得られた面積割合の結果を、抽出対象物別に以下の方法により酸素濃度を算出する。

1. Cuデンドライトが観察された場合

(1) Cuデンドライト部分の面積割合を測定した場合

$$\text{酸素濃度(wt\%)} = (100 - \text{測定結果}) \times 0.0039$$

(2) 粒界の共晶部分の面積割合を測定した場合

$$\text{酸素濃度(wt\%)} = \text{測定結果} \times 0.0039$$

2. Cu₂Oデンドライトが観察され、当該部位を画像解析ソフトにより抽出した場合

$$\text{酸素濃度(wt\%)} = \{(\text{測定結果} \times 0.11181)\} + \{(100 - \text{測定結果}) \times 0.0039\}$$

(2) 解析用写真の撮影及び加工

当所では、画像解析によって、Cu デンドライト、Cu₂O デンドライト部分を色彩の差によって抽出し、それぞれの面積割合を求めた。

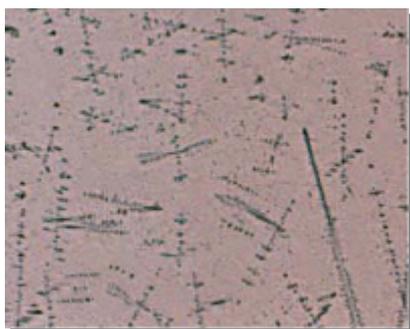
ここでは、抽出に有利となるような画像の加工及びサンプルの観察面における画像取得位置(写真撮影範囲)に関する事項を示す。

○使用機器等

金属顕微鏡、カメラ(可能ならば金属顕微鏡に搭載されたデジタルカメラ)、パソコン、画像解析用ソフト又は画像処理ソフト

a. 解析対象領域の設定

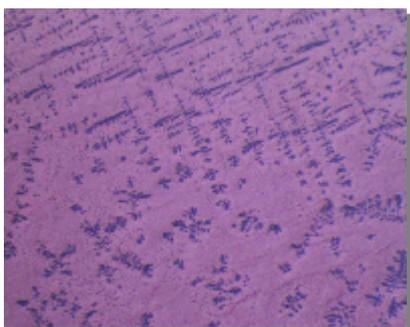
解析対象範囲は、必ず DAS 測定を行った場所または DAS 測定を行う予定の場所が含まれるよう設定する。



○解析範囲1～組織が視野全体でほぼ均一な場合

低倍率撮影でも十分結晶の抽出が可能な場合は、100倍程度の顕微鏡写真を元にできるだけ広い範囲から対象物を抽出する。

また、組織が細かい場合は、200～400倍で撮影された写真を元にできるだけ広い範囲から対象物を抽出する。



○解析範囲2～組織が不均一な場合

DAS 測定位置付近でデンドライトの密度が変わる部分を範囲指定し、対象物を抽出する。

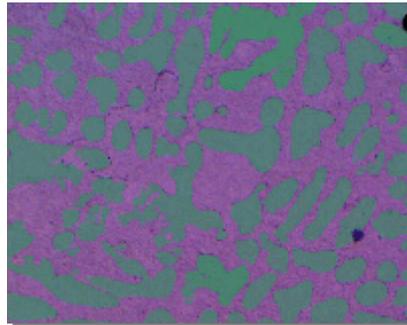
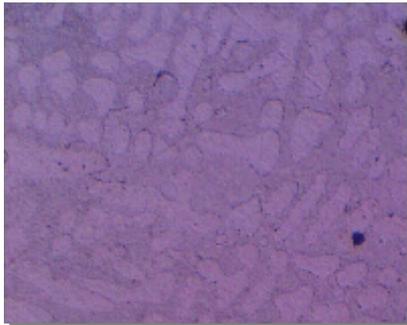
このとき、デンドライトの外周部を曲線で範囲指定するのではなく、外周の内側を直線で囲い、範囲指定する。

なお、いずれの場合においても研磨傷や気泡は面積計算の対象とならないように解析対象範囲から外して範囲設定する。

b. 解析用写真の加工

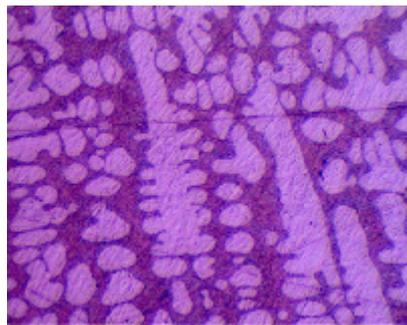
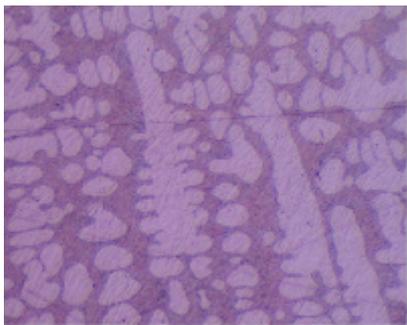
特にCuデンドライトの場合、共晶部分との色彩の差が小さく、画像解析ソフトにおいて抽出、分離が困難なことが多い。

このような場合には予め抽出したい部分を着色する、コントラストを変えて抽出し易いようにしておくことも必要となる。



<着色>

Cuデンドライトを生じたサンプルにおいて、デンドライト部分を抽出し易くするために、当該部分を塗りつぶした例



<コントラストの変更>

Cuデンドライトを生じたサンプルにおいて、デンドライト部分を抽出し易くするために、コントラストを変更した例

ただし、著しくノイズが生じるような極端な設定は禁物。



○エッチングにより粒界部の共晶領域が抽出可能な場合には当該部位を抽出する。

(3) その他の方法

以下の URL から利用可能な NITE の Web ページで表示される写真を参考にサンプルの酸素濃度を推定してもよい。

<http://www.tech.nite.go.jp/php/hakka/index.html>

6.2 DAS測定マニュアル

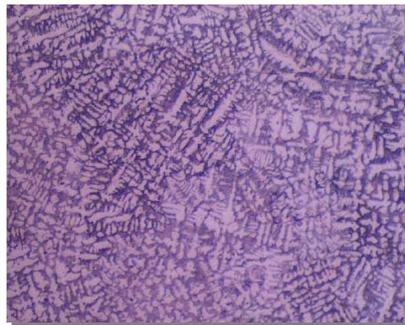
DAS 法における一・二次痕識別では、サンプルの DAS 及び酸素濃度を知る必要がある。DAS の定義については既に第 I 章3. 1(ページ I-5)において述べたとおりである。ここでは、実際のサンプルでの例を示しながら DAS 測定の手順を紹介する。

(1) 測定部位の選択



○主軸の明確なものをさがす

- ・主軸及び二次枝が明確に観察される部分
- ・二次枝が主軸から直角に観察される部分
- ・二次枝が主軸を中心に、両側面で対照的に、かつほぼ等間隔に観察される部分
- ・一つの主軸から伸びた複数の二次枝の成長方向が平行である部分



○サンプル中で平均的な大きさのDASをさがす

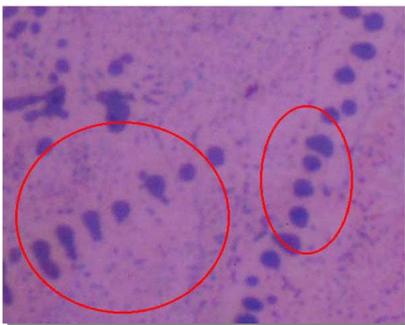
広範囲にわたってデンドライトの分布がほぼ均一な場合で主軸及び二次枝が複数観察され、いくつかはDASが大きく異なるものが観察される場合は、低倍率観察により全体の中

で多数を占めるサイズのものを選定するDASの小さすぎるものは三次枝であることが考えられる。

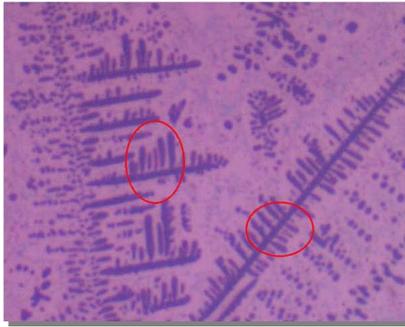


○主軸が明確であって、その両側に二次枝が観察される場合であっても、左右対称でない部分は測定しない。二次枝は通常、主軸の両側に対称的に生じる。主軸の両側に二次枝が観察されている場合でも、両側でDASが異なる場合は測定しない。

写真の例では、主軸が明確な部分の結晶群は二次枝と考えられる枝が対照的に観察されず、他のデンドライト群が重なっているように見えることから計測対象から除外する。

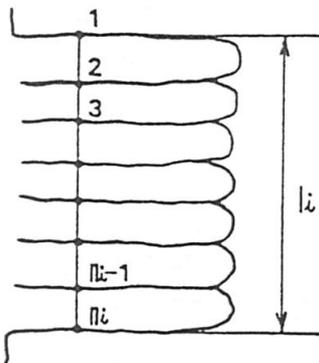


○デンドライトの主軸が観察されず、粒状の結晶だけが多数観察される場合、大きさの近似した結晶が直線上に等間隔で生じている部分をさがす。



○一次枝と二次枝の区別が困難なもの
 写真の左の円では、一見三次枝を測定しているかに見えるが、右の円のDAS測定結果と大差はない。
 左円のデンドライトもそれぞれの主軸を持った別々のデンドライトと考えられる。

(2) 測定及び算出方法

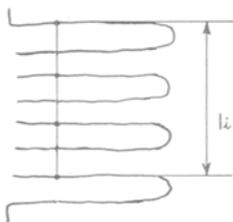


○測定方法1～共晶の酸素濃度が低く、二次枝が密接している場合
 デンドライトの二次アームが発達し、アームが整列しているデンドライトが比較的多くあり、アーム間隔の測定に支障がない組織に適用する。左図に示すように二次アーム若しくは二次アームと判断されるアームが整列している部分を選び、アームの平均間隔を次式により求める。

$$d = \left\{ \frac{l_1}{(n_1 - 1)} + \frac{l_2}{(n_2 - 1)} + \dots + \frac{l_m}{(n_m - 1)} \right\} / m = \left\{ \sum \frac{l_i}{n_i - 1} \right\} / m$$

d : アームスペーシング (μm)
 l_i : 測定しようとする整列したアーム群の境界から境界までの距離
 n_i : 測定しようとする整列したアーム群の境界から境界まで線を引いたときのアーム境界との交点数。
 $(n_i - 1)$ がアームの数を示す。
 m : 測定したアーム群の数。

測定するデンドライトアームは、3本以上整列している部分を選ぶ。
 「デンドライトアームスペーシング測定手順」—軽金属学会 鑄造・凝固部会⁵⁾より



○測定方法2～酸素濃度が高く、二次枝同士が離れている場合
 測定方法1と同様に二次アームと判断されるアームが整列している部分を選び、主軸またはデンドライトの成長方向に平行な直線の長さを求め、その間に観察されるアーム数で除す。
 測定するデンドライトアームは3本以上整列している部分を選ぶ。

測定箇所数については、「測定部位の選択」に記した条件に合致するものについて、可能な限り多数とし、複数箇所を測定した場合は、その平均値を求める。



○仮想線

アームの存在が明白な場合は、左図のようなアーム境界に仮想線を入れて、その線との交点も含めて交点数とする。

ただし、他に測定に適した場所が複数観察される場合は測定しない。

6.3 短絡痕生成温度推定マニュアル

ここでは、これまでの作業により取得された酸素濃度及び DAS を参照用データと照らし合わせて、短絡痕が生成した際の雰囲気温度を推定する方法について例示により説明する。

参照用データから得られた短絡時の雰囲気温度別直線式は Cu デンドライトの場合と Cu_2O デンドライトの場合とで異なるが、いずれの場合においても、その手順は同じである。

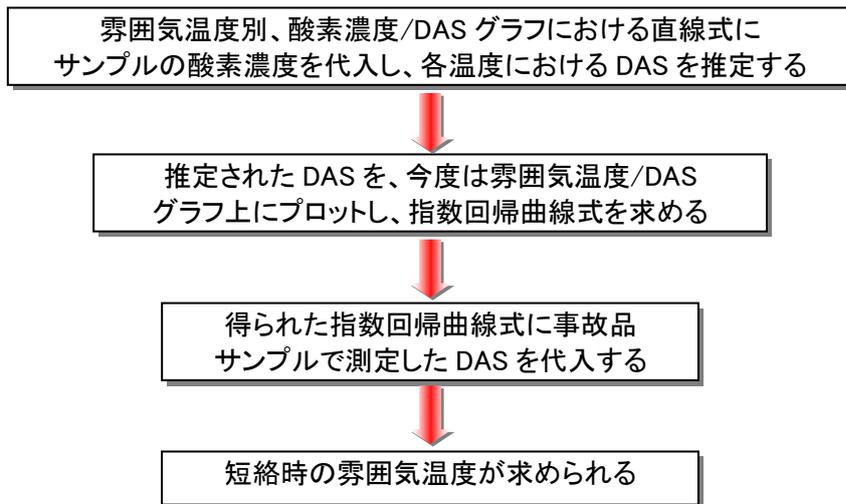
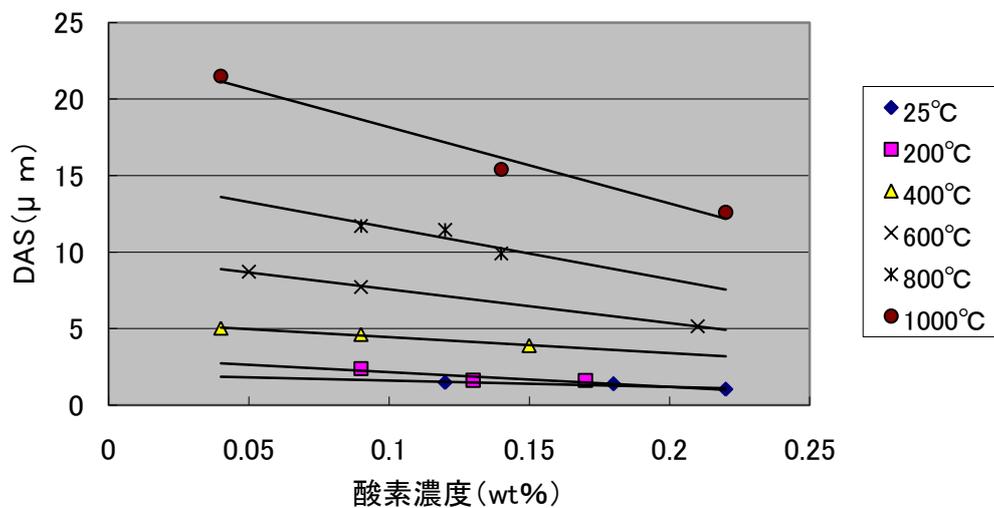


図5 短絡生成温度推定フロー

(1) 断面に観察された組織が Cu デンドライトの場合



グラフ1 Cu デンドライトにおける短絡時雰囲気温度別の酸素濃度と DAS の関係

グラフ1 は第 I 章3. 1 (2)に示したものである。
 このときの各直線の回帰式は以下の表3のとおりであった。

表3 Cu デンドライトの場合の雰囲気温度別回帰式

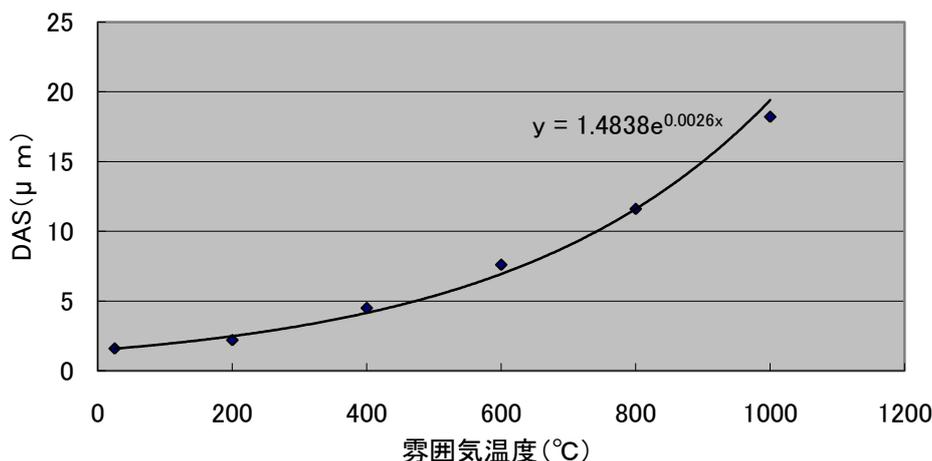
25℃	:	$y = -4.1711x + 2.0263$
200℃	:	$y = -9.6250x + 3.1312$
400℃	:	$y = -10.423x + 5.4962$
600℃	:	$y = -22.038x + 9.7712$
800℃	:	$y = -33.632x + 14.944$
1000℃	:	$y = -49.914x + 23.159$

表3の各式の x に、実際の事故品短絡痕から得た酸素濃度を代入し、各温度における DAS を推定する。

例えば、火災現場から採取した溶融痕の酸素濃度が 0.1wt% で DAS が $15\mu\text{ m}$ だったとすると、先の直線式から酸素濃度が 0.1wt% のときの各温度における DAS は、表4のとおりとなり、グラフ2のような指数回帰式が求められる。

表4 各雰囲気温度における推定 DAS

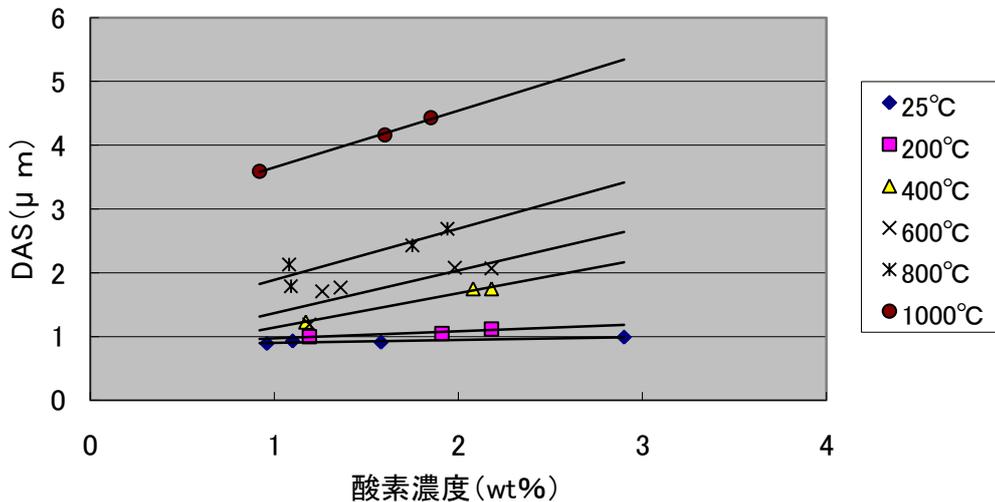
温度(℃)	25	200	400	600	800	1000
DAS($\mu\text{ m}$)	1.6	2.2	4.5	7.6	11.6	18.2



グラフ2 酸素濃度 0.1wt% のときの各雰囲気温度における DAS の推定値

得られた回帰式に実際の事故品における $\text{DAS} = 15\mu\text{ m}$ を代入することにより、短絡時の雰囲気温度が約 900°C と推定される。

(1) 断面に観察された組織がCu₂Oデンドライトの場合



グラフ3 Cu₂O デンドライトにおける短絡時雰囲気温度別の酸素濃度と DAS の関係

上のグラフ3 は第 I 章3. 1 (2)に示したものである。
このときの各直線の回帰式は表5のとおりであった。

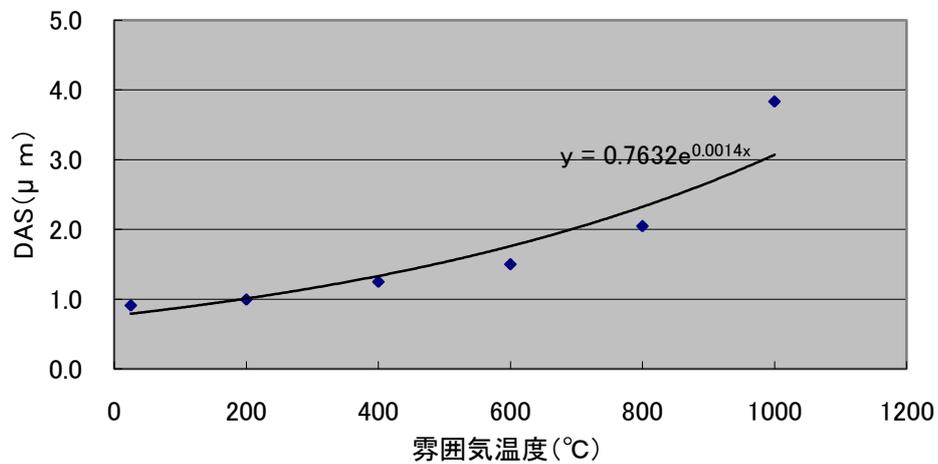
表5 Cu₂O デンドライトの場合の雰囲気温度別回帰式

25°C	:	$y = 0.0443x + 0.8575$
200°C	:	$y = 0.1105x + 0.8621$
400°C	:	$y = 0.5373x + 0.6042$
600°C	:	$y = 0.6689x + 0.6977$
800°C	:	$y = 0.8041x + 1.0820$
1000°C	:	$y = 0.8896x + 2.7642$

例えば、火災現場から採取した溶融痕の酸素濃度が 1.2wt% で DAS が 2μ m だったとすると、先の直線式から酸素濃度が 1.2wt% のときの各温度における DAS は、表6のとおりとなり、グラフ4のような指数回帰式が求められる。

表6 各雰囲気温度における推定 DAS

温度(°C)	25	200	400	600	800	1000
DAS(μ m)	0.9	1.0	1.2	1.5	2.0	3.8



グラフ4 酸素濃度 1.2wt%のときの各霧困気温度における DAS の推定値

得られた回帰式に実際の事故品における DAS=2μ m を代入することにより、短絡時の霧困気温度が約 700°C と推定される。

また、NITE の Web ページには酸素濃度及び DAS を入力することで霧困気温度を算出するページがある (<http://www.tech.nite.go.jp/php/hakka/index.html>)。

7. 個別の手順～CS法マニュアル(断面にデンドライトが観察されない場合)

ここでは、CS法特有の以下の手順について記載する。

7.1 セルサイズ測定マニュアル

- (1) セルサイズ測定のための顕微鏡写真の撮影
- (2) その他記録すべき事項
- (3) セルサイズ測定
- (4) セルサイズ測定上の注意
- (5) 短絡痕の体積計算

7.2 短絡痕生成温度推定マニュアル

- (1) 参照用換算体積の算出
- (2) 短絡痕生成温度の推定

7.1 セルサイズ測定マニュアル

(1) セルサイズ測定のための顕微鏡写真の撮影

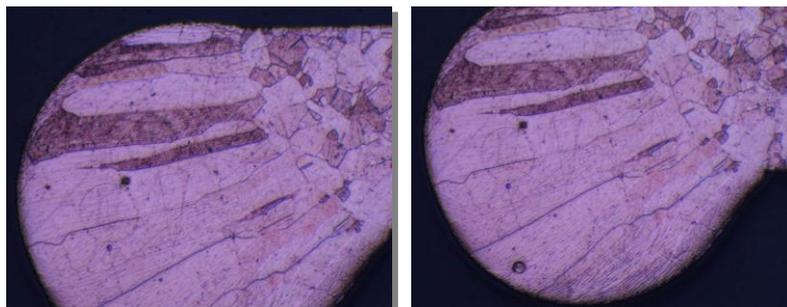
○撮影視野

CS法では、測定対象を短絡痕断面の全幅としていることから、測定の対象とすべき画像データ、写真については、短絡痕の全景が納められていなければならない。

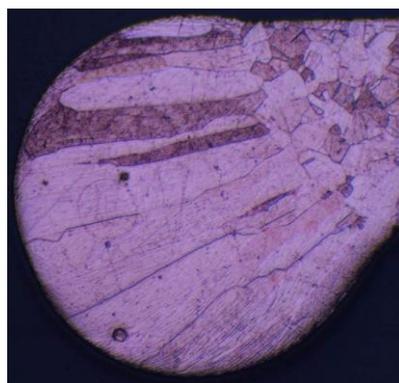
顕微鏡の最低倍率においてなお一枚の写真で短絡痕の全体像が入りきらない場合は、画像の合成を行う必要がある。

当所では金属顕微鏡に搭載されたデジタルカメラを用いて画像を記録し、PC上の画像処理ソフトを利用して画像合成を行った。

金属顕微鏡の最低倍率で、短絡痕の全幅が一枚の写真におさまらなかったことから、同一倍率において異なる視野の写真を2枚撮影した



2枚の写真をPC上の画像処理ソフトにより合成した画像。
このデータを基にセルサイズを求める



(2) その他記録すべき事項

本手法の開発に際して、実験により短絡時の雰囲気温度を変えながら短絡痕を作製したところ、短絡部の断面に併せて非溶融素線部の断面が観察されたサンプルについては、400℃までのサンプルで26点中のすべてにおいて溶融部と非溶融部の境界が明確であるのに対して600℃以上で短絡させたものについては19点中1点を除いて境界が不明瞭であった。

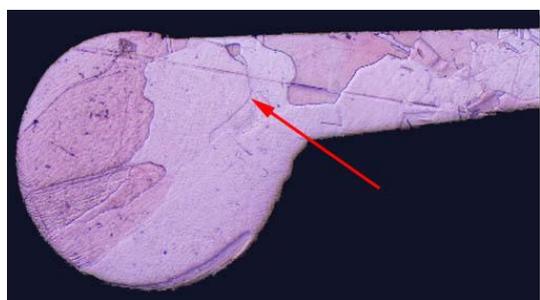
こうした差が生じたメカニズムについては明らかにできなかったが、「高温雰囲気下で短絡した場合には溶融部と非溶融部の境界が不明瞭となる」ことで一・二次痕識別を行う際の一定の目安とすることができるものとする。

短絡部の組織観察の際、素線部の断面組織が併せて観察可能な場合は、記録すべきである。



室温雰囲気下で短絡させたサンプル

赤い円の中が溶融した部分と素線の非溶融部との境界。



600℃にて短絡させたサンプル

矢印部分が溶融部と非溶融部の境界にあたるものと思われるが、境界は不明瞭。

(3) セルサイズ測定

セルサイズは短絡痕上に直線を引き、その長さを求め、結晶粒界との交点数から1を引いた数で割ることにより求められる。直線の引き方は結晶成長の仕方によって以下の2種類に分けられる。

<結晶の成長方向が明確なもの>

- ・直線は短絡痕のほぼ中央に測定用直線を引く
- ・直線は結晶の成長方向に対してほぼ直角に交わるように引く

<結晶の成長方向が不明確なもの>

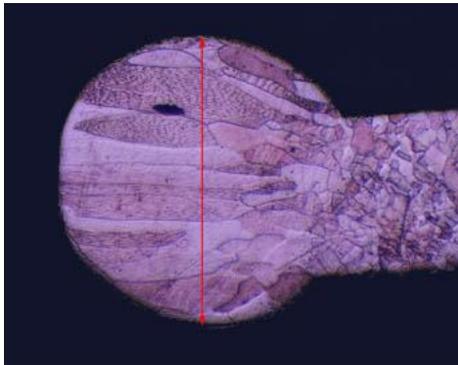
- ・4本の直線による交線法から求める
- ・4本の直線の交点が短絡痕断面のほぼ中央に位置するよう引く

<共通の原則>

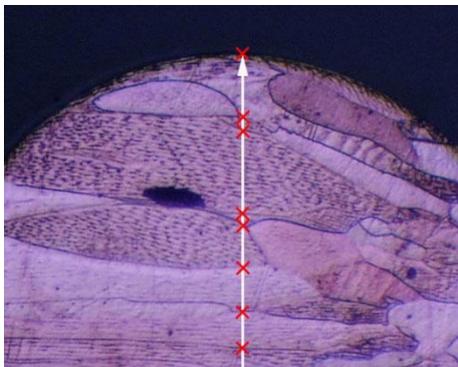
- ・直線は短絡痕断面の全幅にわたって引く
- ・双晶帯を含む結晶は一つの結晶粒とみなす(双晶との交点はカウントしない)

ここでは、それぞれの例によって、測定における実際の手順を紹介する。

a. 結晶の成長方向が明確なもの



短絡痕断面のほぼ中央に、全幅分の直線を引き。
(左の写真の赤線)



エッチングによって結晶粒ごとのコントラストが顕在化しており、その間には結晶粒界が観察されている。

上の写真で引いた直線と結晶粒界が交わる部分を粒界との交点としてカウントする。

(左の写真の赤い×印が結晶粒界)

このタイプの短絡痕セルサイズは以下の式により求める。

$$cs = \frac{L}{n-1}$$

ただし

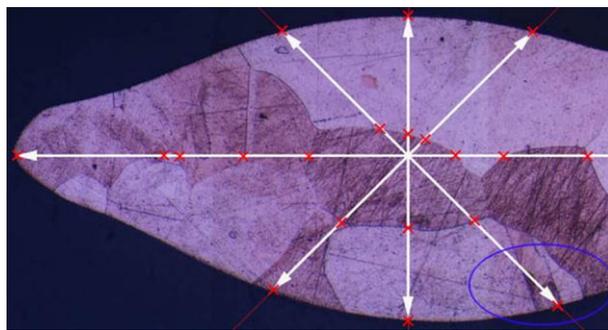
CS:セルサイズ

L:直線の長さ

n :結晶粒界との交点数

b. 結晶の成長方向が不明確なもの

結晶の成長方向が不明確なため、直線の方角を決めることが困難なことから、4本の直線を用いた交線法により測定する。



白線の距離を測定し、赤×印部分を交点としてカウントしている。

直線同士の交点は短絡痕のほぼ中央に置き、隣り合った直線はそれぞれ 45° の間隔を持つように引く。

なお、写真の例では青い円中には双晶帯が観察されているが、原則に従い交点として扱われていない。

$$cs = \left\{ \left(\frac{L_1}{n_1-1} \right) + \left(\frac{L_2}{n_2-1} \right) + \left(\frac{L_3}{n_3-1} \right) + \left(\frac{L_4}{n_4-1} \right) \right\} / 4$$

ただし

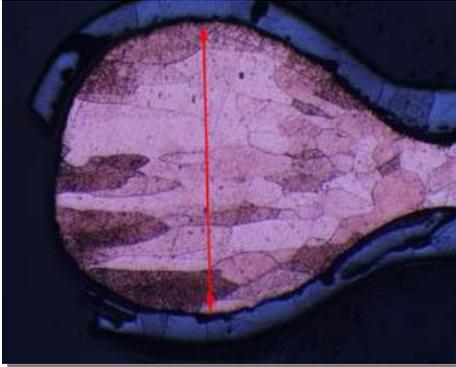
cs : セルサイズ

$L_1 \sim L_4$: 4本の直線それぞれの長さ

$n_1 \sim n_4$: 4本の直線におけるそれぞれの結晶粒界との交点数

(4) セルサイズ測定上の注意

a. 火災炎により短絡痕表面に酸化層が生じている場合

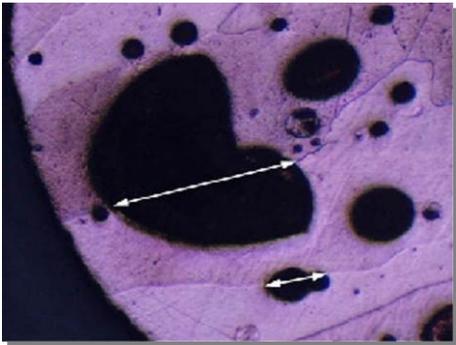


実際の火災現場から採取される短絡痕の中には火災炎によって表面が酸化されているものも少なくないと思われる。

酸化が短絡痕中心部にまで至った場合は、セルサイズの測定は不可能だが、左の写真のように、表層を除いて内部に銅光沢を保っている部分がある場合は、その部分のみを対象としてセルサイズを測定することができる。

このとき、測定用の直線は酸化層を含まないように引かなければならない。

b. 短絡痕断面に気泡がある場合のセルサイズ測定



セルサイズ測定用の直線が気泡と交わる場合は、左の写真の例のとおり、仮想線を引いて測定する。

ただし、仮想線は気泡の端部から反対側の端部に対応すると思われる粒界が観察される場合に引くものとする。

(5) 短絡痕の体積算出

①比重法

1. (4)で測定した短絡痕の質量から次式により求める。

$$V = \frac{W}{\rho}$$

ただし、 V : 短絡痕の体積(mm³)

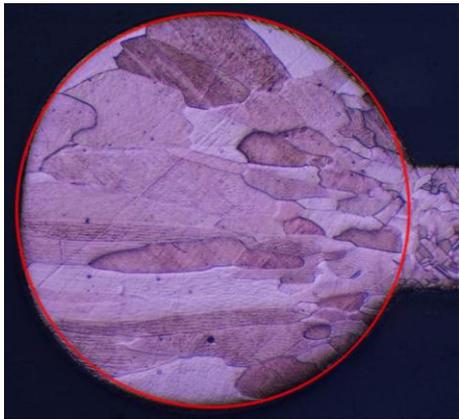
W : 短絡痕の質量(g)

ρ : 銅の密度 (0.00893g/mm³)

②概算法

短絡痕の表面が著しく酸化している場合や痕跡が小さく心線との分離が困難な場合は比重法が適用できない。このため、外観観察で球形もしくは楕円球とみなせる場合には痕跡の深さ方向のほぼ中央まで研磨したときの断面における直径もしくは長径及び短径の測長結果からおおまかな体積を求める^{注7)}。

^{注7)} 概算法は、短絡痕が不定形の場合には適用できない。

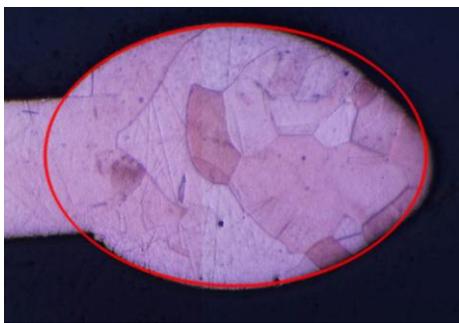


短絡痕の外観がほぼ球形とみなせる場合は、左の写真のように赤い円で示した直径を測り、次式により短絡痕全体の体積を求めた後、さらに後述で求めた気泡体積を差し引いて短絡痕体積を求める。

$$V_0 = \frac{4\pi r^3}{3 \times 10^9}$$

ただし、 V_0 : 短絡痕全体の体積(mm³)

r : 短絡痕の半径(μ m)



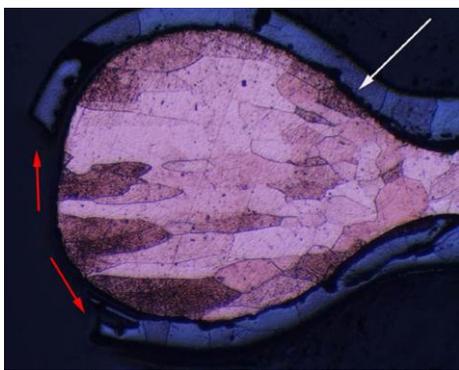
短絡痕の外形がほぼ楕円球とみなせる場合には、左の写真のように赤い円で示した楕円の長径と短径を測り、次式により短絡痕全体の体積を求めた後、さらに後述で求めた気泡体積を差し引いて短絡痕体積を求める。

$$V_0 = \left(\frac{4\pi a \cdot b^2}{3 \times 10^9} \right) / 8$$

ただし、 V_0 : 短絡痕全体の体積(mm³)

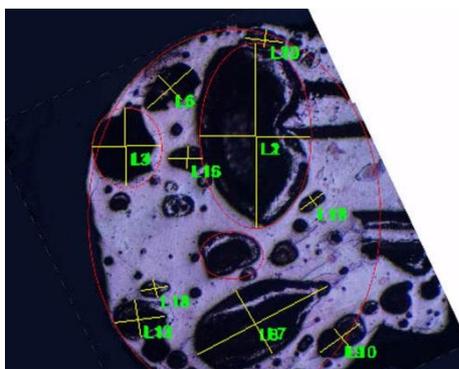
a : 楕円の長径(μ m)

b : 楕円の短径(μ m)



火災炎により短絡痕表面に酸化層が生じている場合は、前処理・準備マニュアルに記したとおり、酸化層ごと研磨用樹脂に埋め込み、体積を求める場合の径の測定には酸化層を含めなければならない。左の写真の白い矢印部分が表面の酸化層。赤い矢印部分は酸化層が脱落している部分。

大部分の酸化層が脱落している場合は、部分的に残存した酸化層から、その厚さを推測し、銅光沢部分の径に加える。



気泡については、少なくとも研磨面において観察されるものの体積は全体の体積から除いておく必要があることから、やはり球形もしくは楕円球にみなした体積算出を行い、次式により全体の体積から差し引き、短絡痕のみの体積を求める。

$$V = V_0 - V_1$$

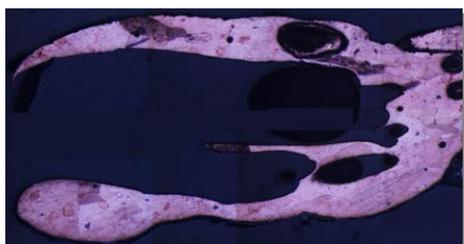
ただし、 V : 短絡痕体積(mm³)

V_0 : 短絡痕全体の体積(mm³)

V_1 : 気泡の体積(mm³)

ただし、この手法で体積を算出した場合、あくまで研磨面で観察される気泡分の体積のみが対象となり、既に研磨してしまった部分や、未研磨部分の気泡の体積は未知であること、断面で観察される気泡の径についても研磨面で必ずしも最大径になっているとは限らないことから、概算法は比重法が適用できない場合に便宜的な方法として用いる。

また、気泡の発生状況や痕跡内部の状態によっては、**粒界の確認ができず**適用できないケースがある。



内部が空洞で解析できない痕跡の例

左の写真の例では痕跡内部が空洞になっており、測定すべき部分が見あらず、CS法では解析不能である。

断面にデンドライト組織が観察されなければ本マニュアルで述べる手法では解析不能となるサンプルであるが、外観観察でこうした構造が予想可能な場合を除いて、通常は断面の研磨が終わるまで解析の可不可はわからない。

当該手法は言うまでもなく破壊検査である。手間を掛けて断面を研磨したところで、解析不能になってしまうケースもある。

解析を試みる際にはその必要性を十分に検討しておくことが重要である。

7.2 短絡痕生成温度推定マニュアル

ここでは、これまでの作業によって既に採取されている以下のデータからリファレンスデータを参照し、短絡時雰囲気温度を推定する方法について例示により説明する。

(1) 参照用換算体積の算出

短絡時の雰囲気温度を推定するには、リファレンスサンプルのデータを参照する必要がある。ただし、これらのサンプルは直径 0.4mm の試料銅線 1 本によって作製されている。

事故品の短絡痕については、熱伝導路となる溶痕に繋がった素線の径及びその本数から、その断面積の合計を求めたうえ、直径 0.4mm の試料銅線 1 本分の断面積と等価させた短絡痕の換算体積を求める必要がある。

<換算体積の算出に必要なデータ>

- ・事故品短絡痕の体積(気泡分を除いたもの)
- ・事故品短絡痕に繋がっていた素線の径及び本数

$$v = \frac{V}{(n \cdot r_1^2) / r_2^2}$$

ただし、

v : 換算体積(mm³)

V : 短絡痕体積(mm³)

n : 短絡痕に繋がった素線の本数

r_1 : 短絡痕に繋がった素線の半径

r_2 : 参照用データ取得時の試料銅線の半径(0.2mm)

例 : 直径0.18mmの素線10本が繋がった、体積0.5233mm³の短絡痕のセルサイズを測定したところ、100μ mであった。

上の式にこれらの各データを代入すると、換算体積は以下のとおり算出される。

$$\text{換算体積} = 0.5233 / (10 \times (0.09^2) / 0.2^2) = 0.2584 (\text{mm}^3)$$

(2) 短絡痕生成温度の推定

第 I 章3. 2(2)②で示したグラフから求めた各温度におけるセルサイズと短絡痕体積の関係式は、以下のとおり表せる。

$$25^\circ\text{C} : y = 111.78x + 22.444$$

$$200^\circ\text{C} : y = 129.90x + 21.746$$

$$400^\circ\text{C} : y = 191.33x + 27.406$$

$$600^\circ\text{C} : y = 230.07x + 48.723$$

$$800^\circ\text{C} : y = 207.71x + 80.018$$

$$1000^\circ\text{C} : y = 268.32x + 82.731$$

ただし、

y : セルサイズ(μ m)

x : 短絡痕体積(mm³)

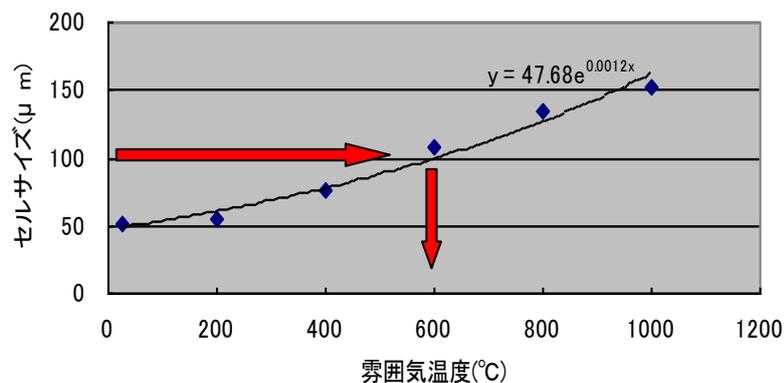
次に上の直線式に、(1)で求めた換算体積を代入し、各温度におけるセルサイズを求め、各々の値からセルサイズと短絡痕生成温度の指数回帰式を求める。

その回帰式に事故品短絡痕のセルサイズ(μ m)を代入し短絡痕の生成温度を推定する。

前掲(1)での例の場合、換算体積(0.2584mm³)から求めた各温度におけるセルサイズは以下の表のとおりとなり、このデータを基に x 軸に温度を、 y 軸にセルサイズ($\mu\text{ m}$)をプロットすると、 $y = 47.68e^{0.0012x}$ の回帰式が得られる。

短絡痕のセルサイズは100 $\mu\text{ m}$ であるので、この短絡痕の生成温度は約600 $^{\circ}\text{C}$ と推定される。

温度	セルサイズ($\mu\text{ m}$)
25 $^{\circ}\text{C}$	51.33
200 $^{\circ}\text{C}$	55.31
400 $^{\circ}\text{C}$	76.85
600 $^{\circ}\text{C}$	108.17
800 $^{\circ}\text{C}$	133.69
1000 $^{\circ}\text{C}$	152.06



なお、回帰式を求める際には、パソコン用の表計算ソフトなどを使用するとよい。

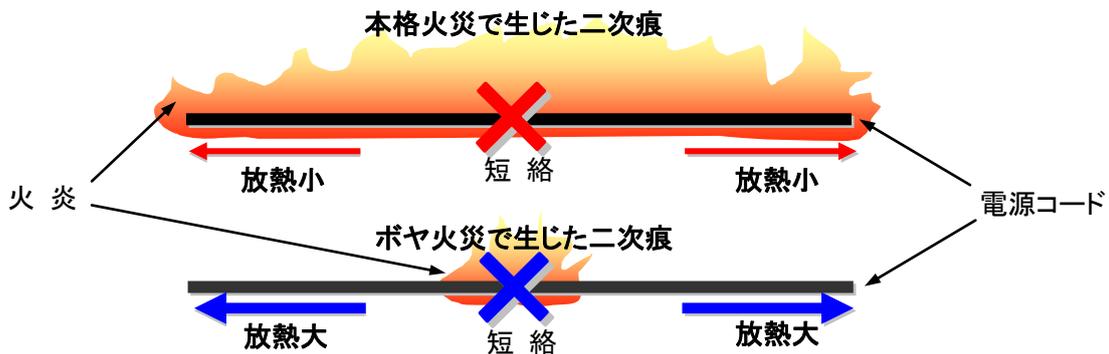
8. 一・二次痕識別について

冒頭述べたとおり本手法は、結晶サイズが冷却速度に依存する性質を利用して短絡痕の生成温度を推定する手法である。

したがって、本手法を用いて実際の一・二次痕を識別するには、本手法の原理からみて、回収された短絡痕がいかなる火災温度下、位置関係にあったか等の詳細な火災状況、また、コードに接続された器具の消費電力や設置環境等の詳細な使用状態を十分確認し考察することが必要である。

例えば、同じ二次痕であっても下図に示すとおり、本格火災とボヤ火災では、仮に短絡部近傍の火災温度が同じでも、生じた短絡痕の結晶サイズは異なると推測される。

本格火災ではコードが広範囲に加熱されコードからの熱伝導による放熱が小さいため（冷却速度が遅いため）、結晶サイズはボヤ火災に比べ大きくなり、一方、ボヤ火災では加熱が局部的でありコードからの熱伝導による放熱が大きい（冷却速度が速いため）、結晶サイズは本格火災に比べ小さくなると推測され、これを反映して前者の生成温度は火災温度に近い温度、後者の生成温度は火災温度よりも低い温度と推定されることが予測される。



<参考>以下の温度領域区分は、コードの被覆材料として用いられているポリ塩化ビニルの熱分解温度 200～300℃、引火温度 390℃(種火があるときの着火温度)及び発火温度 500℃(種火がないときの着火温度)から、一般的な目安として区分したものである。特殊条件下等では必ずしもこの区分に合致しない場合もあるので、最終判断は、他の火災状況、焼損状態等の状況証拠と合わせた総合判断により考察されたい。

- ・200℃以下 : 一次痕
- ・200～300℃ : ほぼ一次痕
- ・300～400℃ : グレーゾーン
- ・400～500℃ : ほぼ二次痕
- ・500℃以上 : 二次痕

9. 謝 辞

群馬大学医学部乙黒靖男講師(元群馬大学工学部機械システム工学科教授)、元電線総合技術センターの故黒柳 卓氏、古河電工メタル総合研究所の吉田浩一氏には本手法の構想段階から実験、とりまとめ段階まで技術的なご意見、ご指導をいただきました。

また、比重法については松下電工解析センター渡邊 竜司氏、山本 拓也氏、土屋 雅功氏から様々なご助言をいただきました。

ここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 製品評価技術基盤機構:電源コード短絡痕の一・二次痕識別手法,家電製品の発火事故原因究明マニュアルⅡ, 2005
- 2) 渡邊ら:電源コード短絡痕の一・二次痕識別手法に関する実験的検証-比重法を用いたセルサイズ法の提案-,平成17年度日本火災学会研究発表会概要集
- 3) 日本伸銅協会:銅及び銅合金の基礎と工業技術(改訂版),日本伸銅協会,1994
- 4) 軽金属学会研究委員会 鑄造・凝固部会:アルミニウムのデンドライトアームスパーシングと冷却速度の測定法,軽金属学会,1988
- 5) 深海 繁:金属組織学,理工図書株式会社,1981
- 6) 須藤 一 他:金属組織学,丸善出版,1995
- 7) 中江秀雄:結晶成長と凝固,アグネ承風社,1998

第Ⅱ章 プラグ・コンセントの痕跡による発火箇所探索手法

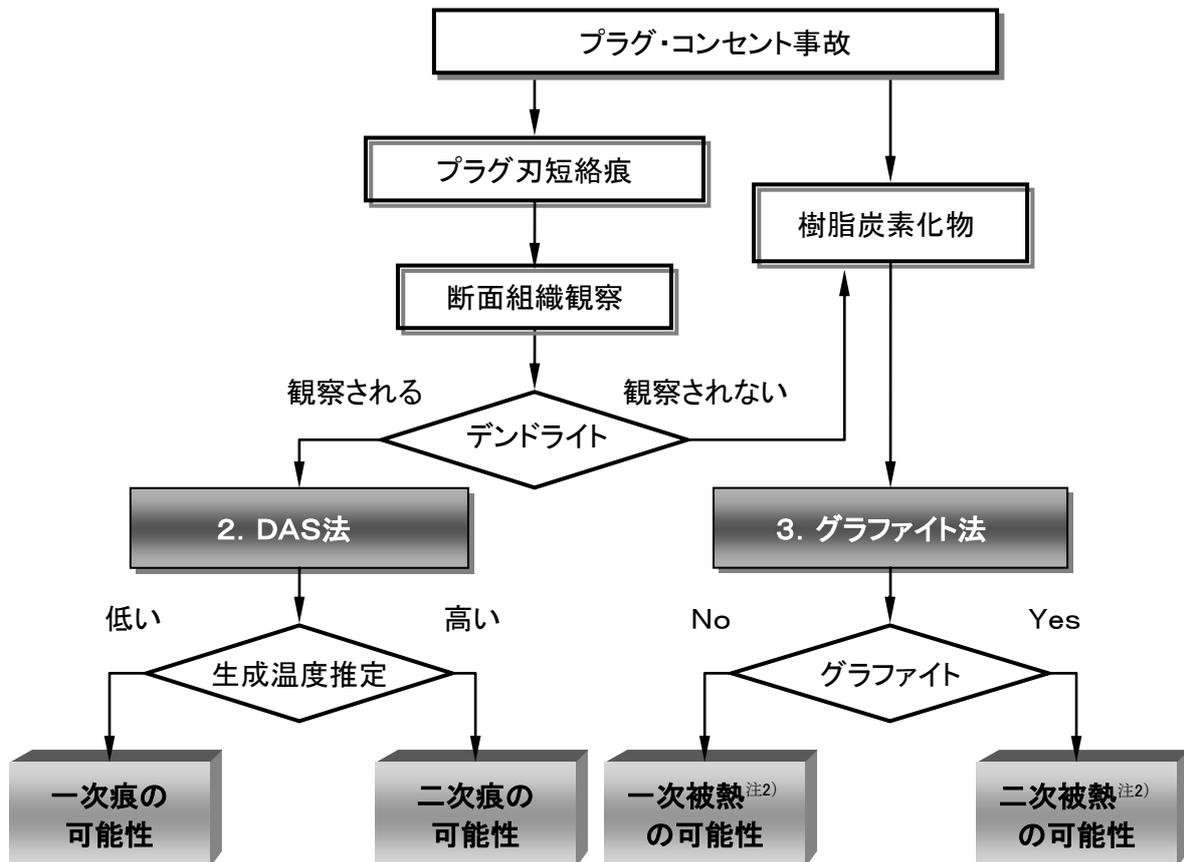
目 次

	ページ
1. 手法の概要	Ⅱ-1
2. DAS法	Ⅱ-2
2.1 DAS法のフロー	Ⅱ-2
DASの定義・原理	Ⅱ-2
前処理準備	Ⅱ-2
組織観察～エッチング	Ⅱ-2
DAS測定	Ⅱ-2
2.2 DAS法による短絡痕生成温度推定手法	Ⅱ-3
(1) 短絡痕生成温度推定のための参照用 DAS 関数曲線（リファレンス DAS カーブ）	Ⅱ-3
(2) プラグ刃短絡痕生成温度の推定方法	Ⅱ-3
(3) 解析結果の考え方	Ⅱ-4
(4) 本手法の制約事項	Ⅱ-5
①再結晶化によるデンドライトの消失	Ⅱ-5
②適用除外組織	Ⅱ-5
3. グラファイト法	Ⅱ-6
4. 謝 辞	Ⅱ-6
参考文献	Ⅱ-6

1. 手法の概要

本手法は、電源プラグ・コンセントが発火箇所として考えられる発火事故の調査において、下図のような流れに沿って

- ・プラグ刃短絡痕断面のデンドライト組織から、短絡痕が生成した際の雰囲気温度を推定する手法^{注1)}(2項)
 - ・絶縁樹脂炭化物について、その黒鉛化の程度から事故発生前の異常発熱の有無^{注2)}を推定する手法^{注1)}(3項)
- である。



注1)適用範囲

DAS法は、その断面に黄銅のデンドライト組織が観察される主にプラグ刃の短絡痕に適用し、グラファイト法はポリ塩化ビニル製プラグ絶縁樹脂の炭素化物に適用する。

注2)グラファイト法における「異常発熱の有無」について

家電製品の電源プラグ部が短絡によって発火するには、事故発生前に絶縁樹脂を劣化させる異常発熱が必要となる。本章では何らかの不具合によって絶縁樹脂に劣化・炭化などをもたらす異常発熱を「一次被熱」、また他の部位で発火した火災の炎や輻射熱による被熱を「二次被熱」と呼ぶこととする。

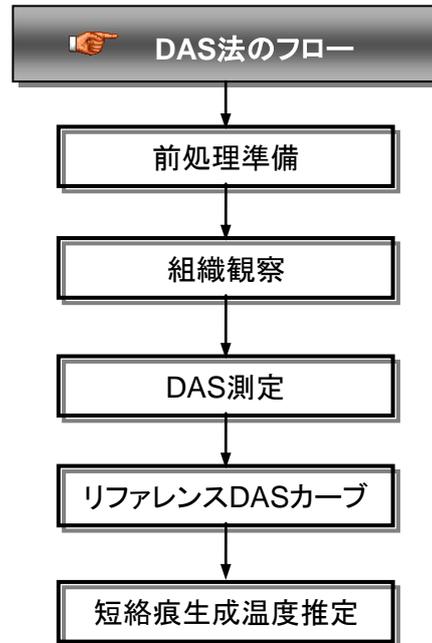
2. DAS法

本手法は、事故品から回収したプラグ刃短絡痕について、DASの冷却速度依存性を利用し、一・二次痕識別のための短絡痕生成温度を推定する手法である。

2.1 DAS法のフロー

概略の流れは、右図に示すように、組織観察に先立って、前処理として試料を樹脂に埋め込み、研磨する必要がある。

その後、金属顕微鏡撮影によって得た画像を基にDASを測定し、DAS・雰囲気温度の関数式から短絡痕生成温度を推定する流れとなる。



*＜DAS及び実際の手順に関する留意事項＞

DASの定義・原理¹⁾

前処理準備

組織観察～エッチング

DAS測定²⁾

👉 第 I 章 電源コード一・二次痕識別のための短絡痕生成温度推定手法参照*

*「前処理準備」～「DAS測定」については、基本的な操作がプラグ刃短絡痕についても同様であることから、第 I 章でのコードに関する取り扱いを準用して操作を行う。

2.2 DAS法による短絡痕生成温度推定手法

(1) 短絡痕生成温度推定手法のための参照用DAS関数曲線(リファレンスDASカーブ)

DASから雰囲気温度を推定するのに必要な参照データを得るため、プラグ刃短絡痕サンプルを作製^{注3)}、このサンプルのDASから図4のリファレンスDASカーブを求めた。

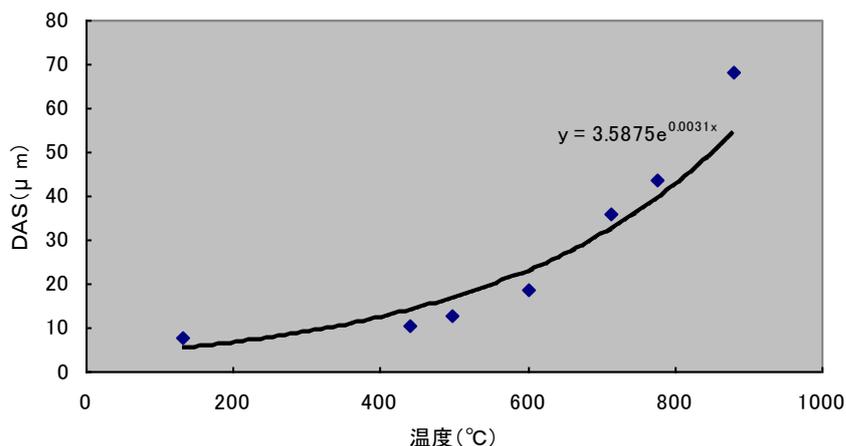


図4 リファレンスDASカーブ

注3)リファレンスDASサンプルの作製方法

一次痕は、定格7A一重モールドプラグを定格15A埋込コンセントに差し込んだ状態で、あらかじめ160°Cの電気炉中で168h加熱して熱劣化させた試料を用い、発熱を加速させるため保温ケースで試料全体を覆った状態で、45minON/45minOFFのR負荷14Aの断続通電を短絡発火に至るまで繰り返すことにより作製した。

二次痕は、クリブ(薪)火源又はコンクリートブロック製のクリブ実験炉を用い、一重モールドプラグと定格15A埋込コンセント試料を配置し、負荷電流なしでAC100Vを印加、試料近傍温度はクリブの量を調節することで、クリブ(薪)火源の場合は500°C前後、コンクリートブロック製のクリブ実験炉の場合は600~800°C程度の作製をねらいとし、刃間短絡に至らせて作製した。

(2) プラグ刃短絡痕生成温度の推定方法

図4のリファレンスDASカーブの関数式は、 $y=3.5875e^{0.0031x}$ で表される。

2.3項のDAS測定によって求めたプラグ刃短絡痕のDASから、リファレンスDASカーブの関数式を用い雰囲気温度を求める。

例えば、実際の火災現場から回収されたプラグ刃短絡痕のDASが40μ mであるとすれば、図5のようにこのプラグ刃短絡痕の生成温度は約800°Cと推定できる。

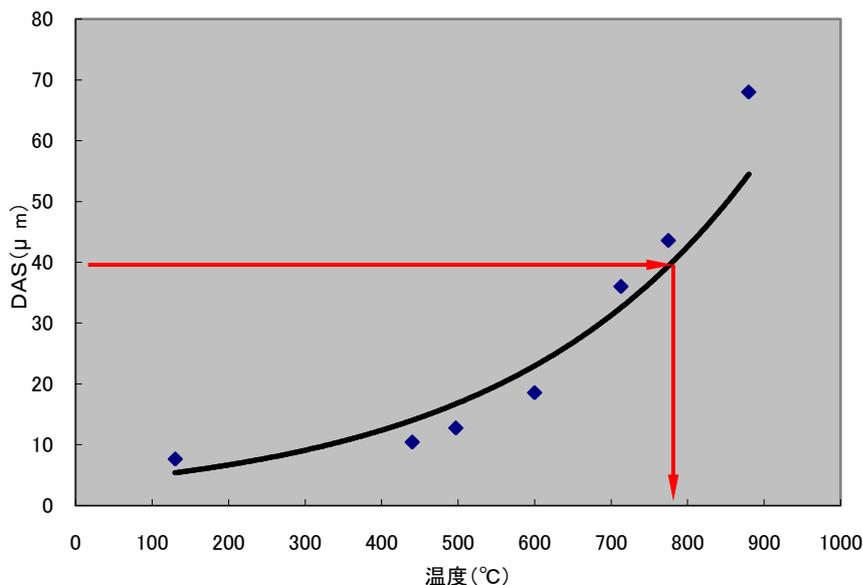


図5 雰囲気温度の推定

(3) 解析結果の考え方

本手法から得られる結果はあくまで短絡痕が生成した際の雰囲気温度である。解析結果から発火箇所であるか否かを推定する際の参考として、次表の温度領域区分を示す。

表 一・二次痕識別のための温度領域区分(参考)^{注4)}

推定雰囲気温度の領域区分	一・二次痕の区分
200°C以下	一次痕
200~300°C	ほぼ一次痕
300~400°C	グレーゾーン
400~500°C	ほぼ二次痕
500°C以上	二次痕

注4) 温度領域区分の解説

一次痕は、プラグ絶縁樹脂のポリ塩化ビニルが熱分解し、脱塩酸反応で生成された塩化カルシウムの吸湿による絶縁低下や³⁾、熱分解により樹脂内部で形成される炭化導電路の漏れ電流による絶縁低下によって短絡発火などによって生じることが知られている⁴⁾。ポリ塩化ビニルの熱分解温度は、添加剤の種類・量によっても異なるが200~300°C⁵⁾である。

二次痕は、プラグ絶縁樹脂に火災炎からの輻射熱や炎が接触して、着火燃焼することで生じた炭素化樹脂の電気抵抗が高温火炎下で急激に低下する⁶⁾ことによって生じると考えられる。一般的軟質ポリ塩化ビニルの引火温度(種火があるときの着火温度)は390°C⁷⁾、発火温度(種火がないときの着火温度)は500°C前後⁵⁾である。

このことから、発火元となる異常発熱の進展状況、火災の中での火炎による熱的影響の受け方は千差万別の条件が考えられるが、上述の熱分解・引火・発火温度からみた考察結果や断面組織の解析結果及び他の状況証拠から、一・二次痕を総合的に判断する際のおおまかな目安としての温度領域区分は、上表のように設定してはどうかと考える。

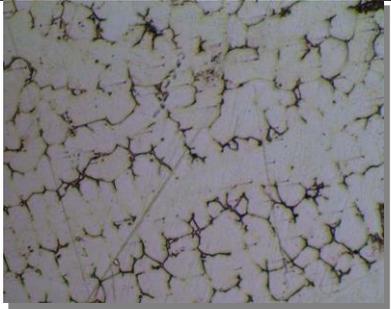
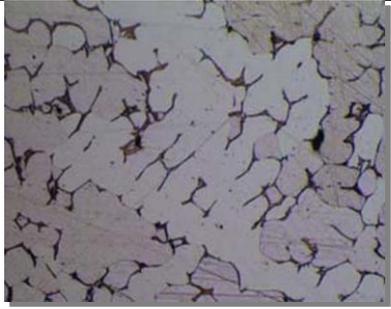
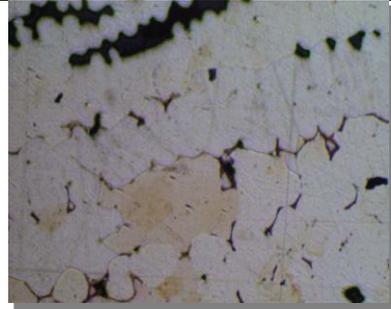
(4) 本手法の制約事項

ただし本手法には、次のような制約があるので留意が必要である。

①再結晶化によるデンドライトの消失

プラグ刃素材である黄銅の凝固組織は、偏析によりデンドライト組織を現すが、焼きなましによる再結晶化によってデンドライトが消失することが知られている⁸⁾。これは、実火災において発火部位が発火後の火災炎によってさらに加熱された場合、デンドライトが焼失する事を示している。

そこで、デンドライトが現出したプラグ刃短絡痕試料を分割切断し、赤外線加熱炉を用い加熱後の組織変化を確認した結果、前述の再結晶化の進行がみられたものの、800℃、10分加熱でもデンドライトが残存しDASも変化しないことを確認しており、再結晶化という一定の制約はあるものの、火災事故品のプラグ刃短絡痕からデンドライトが観察される限り、本法の適用が可能である。

		
写真1 再加熱前 DAS:46.4μ m	写真2 800℃ 5分加熱 DAS:46.8μ m	写真3 800℃ 10分加熱 DAS:47.1μ m
(いずれも撮影倍率50倍)		

②適用除外組織

以下の写真に示すような組織は適用除外とする。



写真4 適用除外組織の例

当該手法ではプラグ刃、刃受けの材質である黄銅(銅及び亜鉛から成る合金)の組織を適用対象としている。写真4の組織はプラグ刃の短絡痕断面に見られた組織だが、①の写真1～3に示した組織とは見た目が異なる。元素分析を行ったところ、銅及び亜鉛の他、めっきの材質と思われるニッケルが約1wt%検出されたほか、ずすが8wt%検出された。

当該手法で一・二次痕の識別に用いるリファレンスデータでは、こうした銅・亜鉛以外の元

素を含む組織は考慮しておらず、したがって、実際の事故品断面にこうした組織が観察される場合は、再度研磨を行うなどして銅・亜鉛のデンドライトを探す必要がある。

3. グラファイト法

当該手法の概要、手順等については第IV章 ポリ塩化ビニル絶縁樹脂炭素化物による発火箇所探索手法(グラファイト法)を参照。

4. 謝 辞

(社)日本配線器具工業会の石黒開二氏には、技術面での確なご指導を戴きましたこと厚く感謝申し上げます。また、松下電工(株)横山洋一、青山洋一、中野毅、西川隆、浜口博昭の各氏には、貴重な技術のご助言とご協力をいただき心より感謝申し上げます。東芝ライテック(株)安本宏巳氏には、実験に関して適切なお意見ご協力をいただきましたこと厚くお礼申し上げます。(財)関東電気保安協会の原澤寛治氏ほか各氏には、不具合サンプルの収集に関し多大なご協力をいただきました。ここに感謝の意を表します。(株)仲野電機製作所の藤田亀義、洞澤昇作の両氏には、不具合条件を与えたプラグ試料の作製に際し、技術的見知からのご意見を戴いたうえ快くその作製に協力いただきましたことに感謝の意を表します。

参考文献

- 1)日本伸銅協会:銅及び銅合金の基礎と工業技術(改訂版),1994
- 2)軽金属学会鑄造凝固部会:アルミニウムのデンドライトアームスパーシングと冷却速度の測定法,軽金属学会,1998
- 3)芦澤,小俣:差込プラグの熱劣化による発火メカニズムについて,平成9年度日本火災学会研究発表会概要集,1997
- 4)土方:配線器具からの出火事例・特徴及び問題点と対策,火災,46-2,1996
- 5)日本火災学会編:火災便覧,日本火災学会,1997
- 6)S.Mrozowski:Phys.Rev.85,609,1952
- 7)プラスチックの燃焼性,(株)工業調査会
- 8)村上陽太郎,亀井清:非鉄金属材料学,朝倉書店,1991

第Ⅲ章 コネクタの痕跡による発火箇所探索手法

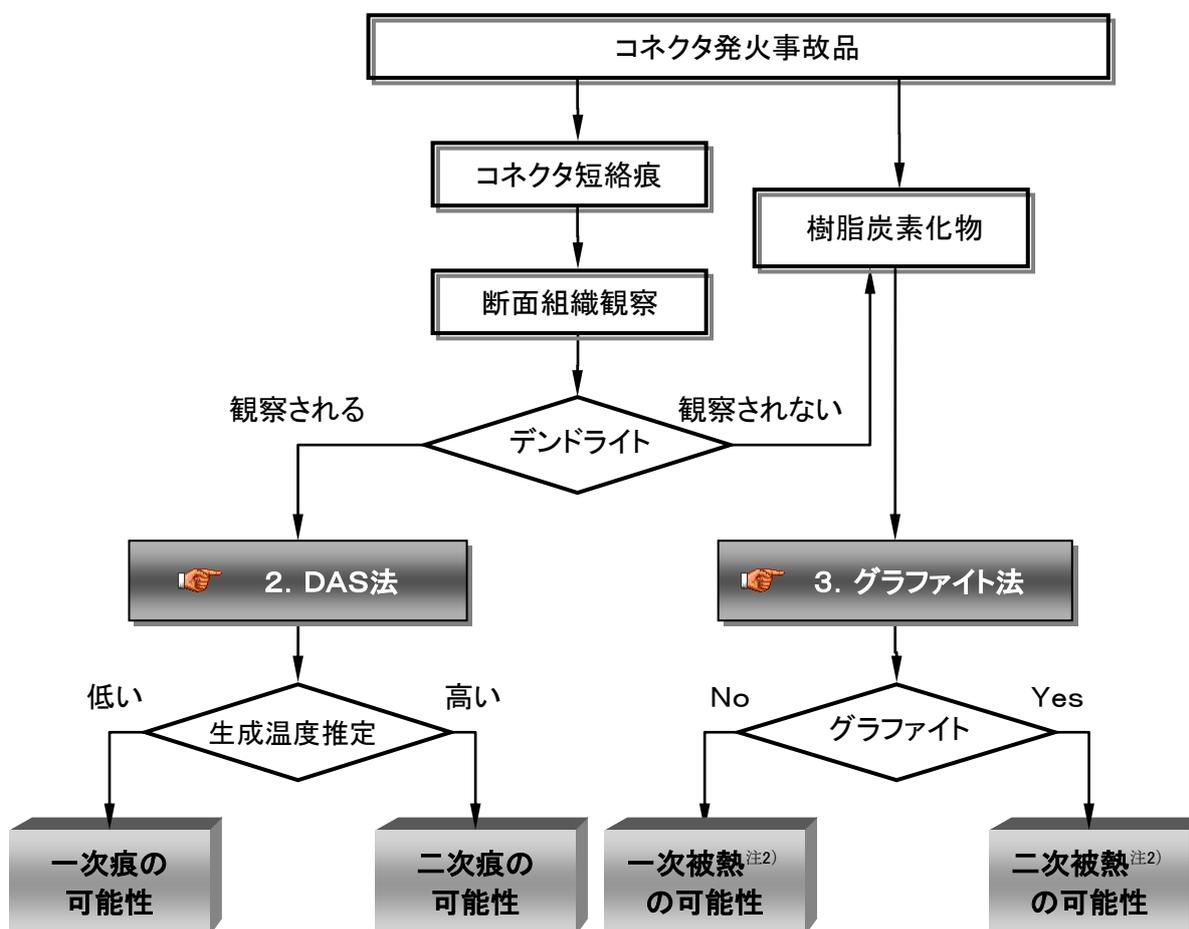
目 次

	ページ
1. 手法の概要.....	Ⅲ-1
2. DAS法.....	Ⅲ-2
2.1 DAS法のフロー.....	Ⅲ-2
DASの定義・原理.....	Ⅲ-2
前処理準備.....	Ⅲ-2
組織観察～エッチング.....	Ⅲ-2
DAS測定.....	Ⅲ-2
2.2 DAS法による短絡痕生成温度推定手法.....	Ⅲ-3
(1) 短絡痕生成温度推定.....	Ⅲ-3
(2) 解析結果の考え方.....	Ⅲ-3
(3) 本手法の制約事項.....	Ⅲ-4
(4) 黄銅組織の特徴に関わる特記事項.....	Ⅲ-5
3. グラファイト法.....	Ⅲ-5
4. 謝 辞.....	Ⅲ-6
参考文献.....	Ⅲ-6

1. 手法の概要

本手法は、コネクタ部周辺が発火箇所として考えられる発火事故の調査において、下図のような流れに沿って

- ・コネクタ短絡痕断面のデンドライト組織から、短絡痕が生成した際の雰囲気温度を推定する手法^{注1)}(2項)
 - ・絶縁樹脂炭化物について、その黒鉛化の程度から事故発生前の異常発熱の有無^{注2)}を推定する手法^{注1)}(3項)
- である。



注1)適用範囲

DAS法は黄銅製平形接続子に適用し、グラファイト法はポリ塩化ビニルリード線に適用する。

注2)グラファイト法における「異常発熱の有無」について

家電製品がコネクタ部での短絡によって発火するには、事故発生前に絶縁樹脂を劣化させる異常発熱が必要となる。本章では何らかの不具合によって絶縁樹脂に劣化・炭化などをもたらす異常発熱を「一次被熱」、また他の部位で発火した火災の炎や輻射熱による被熱を「二次被熱」と呼ぶこととする。

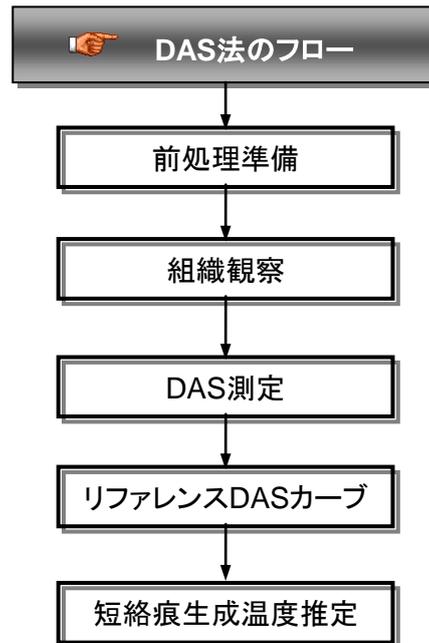
2. DAS法

本手法は、事故品から回収したコネクタ短絡痕について、DASの冷却速度依存性を利用し、一・二次痕識別のための短絡痕生成温度を推定する手法である。

2.1 DAS法のフロー

概略の流れは、右図に示すように、組織観察に先立って、前処理として試料を樹脂に埋め込み、研磨する必要がある。

その後、金属顕微鏡撮影によって得た画像を基にDASを測定し、DAS・雰囲気温度の関数式から短絡痕生成温度を推定する流れとなる。



*＜DAS及び実際の手順に関する留意事項＞

DASの定義・原理¹⁾

前処理準備

組織観察～エッチング

DAS測定²⁾

👉 第 I 章 電源コード一・二次痕識別のための短絡痕生成温度推定手法参照*

*「前処理準備」～「DAS測定」については、基本的な操作がコネクタ短絡痕についても同様であることから、第 I 章でのコードに関する取り扱いを準用して操作を行う。

2.2 DAS法による短絡痕生成温度推定手法

(1) 短絡痕生成温度推定

事故品から回収したコネクタ短絡痕（平形接続子に適用）のDAS測定結果と、表1の左欄の平均DASを比較し、右欄の区分を参考に短絡痕生成時の雰囲気温度を推定する。

表1 雰囲気温度推定区分

平均DAS	発火実験で作製した一・二次痕サンプル ^{注3)}	
	区分	作製時の測定温度
2μ m	一次痕	約200～350℃
8μ m 18μ m	二次痕 "	約450～650℃ 約800～850℃

注3) 一・二次痕サンプルの作製方法

一次痕は、平形接続子（適合電線0.75～2.27mm²）に単心ポリ塩化ビニルリード線（JIS C 3306 VSF1.25mm²）を接続した試料を用い、発熱を加速させるため保温ケースで試料全体を覆った状態で、45minON/15minOFFの断続通電（JIS C 2809準拠）を短絡発火に至るまで繰り返すことにより作製した。ただし、作製条件はかしめ不足、心線挿入不足、被覆噛み、結合力不足などし接続リード線定格1.25Aの約2倍のR負荷電流（JIS C 2809準拠）を通じた。二次痕は、コンクリートブロック製のクリブ（薪）を火源とした実験炉を用い、平形接続子（同上）に単心ポリ塩化ビニルリード線（同上）を接続した試料を配置し、試料近傍温度がクリブの量を調節することで、600℃前後～800℃前後の目標温度に達すると同時に、負荷電流なしでAC100Vを印加し端子間短絡に至らせて作製した。

(2) 解析結果の考え方

本手法から得られる結果はあくまで短絡痕が生成した際の温度である。解析結果から発火箇所であるか否かを考察・推定する際の参考として、表2に温度領域区分を示す。

表2 一・二次痕識別のための温度領域区分(参考)^{注4)}

推定雰囲気温度の領域区分		一・二次痕の別
ナイロン	ポリ塩化ビニル	
300℃以下	200℃以下	一次痕
300～400℃	200～300℃	ほぼ一次痕
400～450℃	300～400℃	グレーゾーン
450～550℃	400～500℃	ほぼ二次痕
550℃以上	500℃以上	二次痕

注4) 温度領域区分

一次痕は何らかの発熱要因によってコネクタの絶縁キャップの熱劣化が進行し、絶縁が破壊し短絡に至って生じると考えられる。一般的なナイロンの熱分解温度は310~380℃、ポリ塩化ビニルの熱分解温度は200~300℃である³⁾。二次痕は、コネクタの絶縁キャップが火災による輻射熱や炎と接触して着火燃焼することで生じた炭素化樹脂の電気抵抗が高温火炎下で急激に低下する⁴⁾ことによって生じると考えられる。一般的なナイロンの引火温度(種火があるときの着火温度)は420℃、発火温度(種火がないときの着火温度)は532℃³⁾、ポリ塩化ビニルの引火温度(種火があるときの着火温度)は390℃⁵⁾、発火温度(種火がないときの着火温度)は500℃前後³⁾である。このことから、上述の熱分解・引火・発火温度からみた考察結果より、一・二次痕を総合的に考察する際のおおまかな目安としての温度領域区分は、上表のように設定してはどうかと考える。

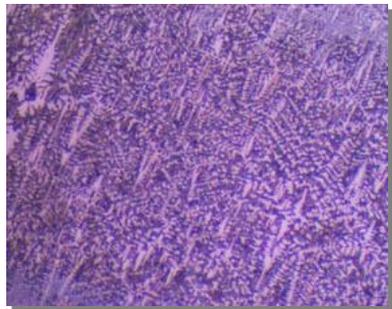
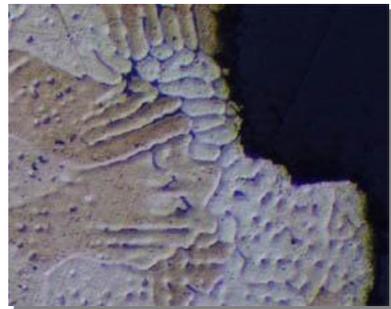
(3) 本手法の制約事項

a. 適用除外試料

写真1に示すようなリード線の片極溶断を伴う溶融痕は、適用除外とする^{注5)}。

b. 適用除外組織

写真2に示すような組織は適用除外とする。

		
写真1 適用除外試料例 ^{注5)}	写真2 適用除外組織例 ^{注6)} (片極のみこのように溶断)	写真3 適用対象試料例 ^{注6)}

注5) 写真1の試料の適用除外理由

平形接続子の発火後試料^{注4)}には、写真1に示すリード線の片極溶断を伴うコネクタ部溶融痕が認められた。この溶融痕のDASは、一次痕であるにもかかわらず、10μ m前後と二次痕の温度領域に匹敵するDASサイズを示した^{注7)}。このような片極溶断を伴うコネクタ部溶融痕は、火災による二次痕では恐らく生じ得ないもので、外観から一次痕と判断できると考えられるが、仮に、この試料にDAS法を適用した場合には一次痕を二次痕と誤認する恐れがある。したがって、写真1に示すようなリード線の片極溶断を伴う溶融痕は適用から除外する必要がある。

何故、当該サンプルでDASサイズが肥大化したかを考察すれば次のとおりである。片極溶断した試料の温度記録をみると溶断発火の数サイクル前で試料温度が250℃前後から400~500℃に急上昇し、この状態が数サイクル継続している。この発熱は、不具合を与えたかしめ部の心線断面積が高温腐食などによって小さくなり、ジュール熱によって発熱していると考えられ、最終的には心線の断面積が負荷電流に耐えられなくなり、局部的に過電流負荷と同様な状態となって溶断したと考えられる。こうした条件下では溶断部周辺が銅の融点を超えて溶断し、溶融痕は高温となった心線等に付着して凝固するため、結晶サイズが雰囲気温度を反映しないことが考えられる。したがって、通常の一次痕では試料温度が急激に低下した状況で雰囲気温度に依存して生じるのに対し、高温試料そのものの温度に依存して冷却速度の遅い、すなわちDASサイズが大きい溶融痕を生じたと考えられる。

注6) 写真2及び3の組織の適用除外理由: 平形接続子の発火後試料^{注4)}の溶融痕で観察された組織には写真2に例示する組織もみられた。平形接続子素材は黄銅(Cu/Zn合金)のSnメッキである。元素分析の結果から、写真3の適用対象組織はSnを数%含んだCu/Zn/Snの三元合金組織を示し、Cu-Zn状態図⁶⁾からデンドライト組織はα相(元素分析の結果Cu70:Zn30の割合に微量のSnを含んだ相)の組織である。それに対し、写真2も三元合金組織であるが20%前後のSnが検出され、この組織で白く見える部分は写真3とは異なるSn濃度

の凝縮した γ 相(元素分析の結果Cu56:Zn22:Sn22の割合の相)と思われる組織と認められた。この写真2の組織は、注4で作製した一次痕にはみられず二次痕のみに観察されたもので、二次痕のような高温条件特有の組織ではないかとも考えられた。しかし、その立証は容易ではなく、この組織の参照データは二次痕しか得られていないため、写真2に示すような組織は適用から除外する必要があると考えられる。

(4) 黄銅組織の特徴に関わる特記事項

平形接続子素材である黄銅の組織は、合金濃度が不均一な偏析組織であり、火災時の再加熱による再結晶化^{注7)}で組織が消失することが考えられる。そこで、デンドライトが現出した平形接続子短絡痕試料を分割切断し、炎温度800°Cのブンゼンバーナで10分加熱後^{注8,9)}の組織変化を確認した結果、前述の再結晶化の進行がみられたものの、デンドライトが残存しDASも変化しないことを確認しており、再結晶化という一定の制約はあるものの、火災事故品の平形接続子の短絡痕断面からデンドライトが観察される限り、本法の適用が可能である。

注7) 再結晶化

偏析の生じた黄銅組織を顕微鏡で観察すると成分濃度の差に基づくエッチングの濃淡が見えてくる。このような不均一組織は、平衡に達する中間状態であるので、凝固温度(905°C)直下の温度に加熱して拡散速度を大きくすると均一な組織になり再結晶化する⁷⁾。再結晶化の拡散は、温度に依存し凝固温度近くで大きくなる。事故品溶融痕には、CuやZnの酸化物や絶縁材が不完全に炭素化した有機物等の不純物が巻き込まれており、実際のコネクタ溶融痕の凝固温度は黄銅の905°Cよりも低くなる。

注8) 加熱温度について

Cu母相中のZnの拡散係数から800°C、700°Cの拡散速度に大差はなく、600°C以下では800°Cの大凡1/10~1/100拡散が遅くなることから⁶⁾、注9の観点と合わせ最も厳しい加熱条件として800°Cの一水準を設定した。

注9) 火災実験にみられる火災温度・時間

火災時の被熱時間を各種工法住宅の火災実験における温度変化³⁾からみると、軽量PC住宅(床上180cm)で800~900°Cの継続時間約10分、在来木造住宅(床上60cm)で700~800°Cの継続時間約10分、2"×4"一般形住宅(床上180cm)で800~1000°Cの継続時間約5分、2"×4"公住形住宅(天井面下60cm)で700~800°Cの継続時間約7分などである。

3. グラファイト法

当該手法の概要、手順等については第四章 ポリ塩化ビニル絶縁樹脂炭素化物による発火箇所探索手法(グラファイト法)を参照。

4. 謝 辞

本法の検討に際して技術面での確なご指導を戴きました職業能力開発総合大学校電気工学科中野弘伸教授, 国立久留米工業高等専門学校電気電子工学科青山洋一教授, 三洋電機空調株式会社品質生産性本部第二品質保証部CS推進担当部長山田浩氏に心より深謝申し上げます。また, 不具合条件を与えたコネクタ試料の作製に際し, 技術的見知からのご意見を戴いたうえ快くその作製に協力いただきました富田電機株式会社の川本慶子, 森村悦夫, 金子健一, 大山茂明の各氏にここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1)日本伸銅協会:銅及び銅合金の基礎と工業技術(改訂版), 1994
- 2)軽金属学会鑄造凝固部会:アルミニウムのテントライトアームスパーシングと冷却速度の測定法, 軽金属学会, 1998
- 3)日本火災学会編:火災便覧, 日本火災学会, 1997
- 4)S.Mrozowski:Phys.Rev.85, 609, 1952
- 5)喜多:プラスチックの燃焼性, (株)工業調査会, 1975
- 6)日本金属学会編:金属データブック, 丸善株式会社, 1999
- 7)須藤, 田村, 西澤:金属組織学, 丸善株式会社, 1972

第Ⅳ章

ポリ塩化ビニル絶縁樹脂炭素化物による発火箇所探索手法 (グラファイト法)

目 次

	ページ
1. 手法の位置付けおよび適用範囲	IV - 1
2. 手法の概要	IV - 2
2.1 原 理	IV - 2
(1) グラファイト化とは	IV - 2
(2) 一・二次被熱の有無を推定する原理	IV - 2
2.2 一・二次被熱による炭素化挙動に関する考察	IV - 2
(1) 炭素化・黒鉛化に及ぼす前酸化の影響	IV - 2
(2) 炭素化挙動に及ぼす保持時間の影響	IV - 3
3. 手法の手順	IV - 4
3.1 グラファイト法のフロー	IV - 4
3.2 試料採取	IV - 4
(1) 事故品からの試料採取	IV - 4
(2) 試料採取上の留意点	IV - 5
3.3 酸処理	IV - 5
(1) 目 的	IV - 5
(2) 使用器具類	IV - 5
(3) 処理手順	IV - 5
3.4 1000℃処理	IV - 6
(1) 目 的	IV - 6
(2) 使用装置・器具類	IV - 6
(3) 加熱準備	IV - 6
(4) 1000℃加熱	IV - 6
3.5 2600℃処理	IV - 7
(1) 目 的	IV - 7
(2) 使用装置・器具類	IV - 7
(3) 加熱準備	IV - 7
(4) 2600℃加熱	IV - 7
3.6 炭素結晶構造分析	IV - 8
(1) 使用装置・器具類	IV - 8
(2) 試料装填	IV - 8
(3) ラマン分光分析装置の測定条件	IV - 8
3.7 グラファイト法による一・二次被熱推定手順	IV - 8
(1) R 値の算出方法	IV - 8
(2) R 値による一・二次被熱識別	IV - 8
(3) 本手法における制約事項および留意点	IV - 10
4. 謝 辞	IV - 10
参考文献	IV - 11

1. 手法の位置付けおよび適用範囲

本手法は、事故品から回収したポリ塩化ビニル絶縁樹脂の炭素化物について、図1のような流れに沿って結晶構造を定量的に評価することにより、事故発生前の異常発熱の有無^{注1)}を推定する手法である。

その位置付けは、短絡痕の金属組織による識別手法であるDAS法・CS法などの手法と同様に事故調査を行う上での一つの観点である^{注2)}。

また、適用範囲の炭素化物は、電源コード、プラグ、リード線の絶縁材として用いられるポリ塩化ビニル樹脂の炭素化物を対象とし、ゴム、ユリアなどその他の絶縁材炭素化物は適用除外とする。

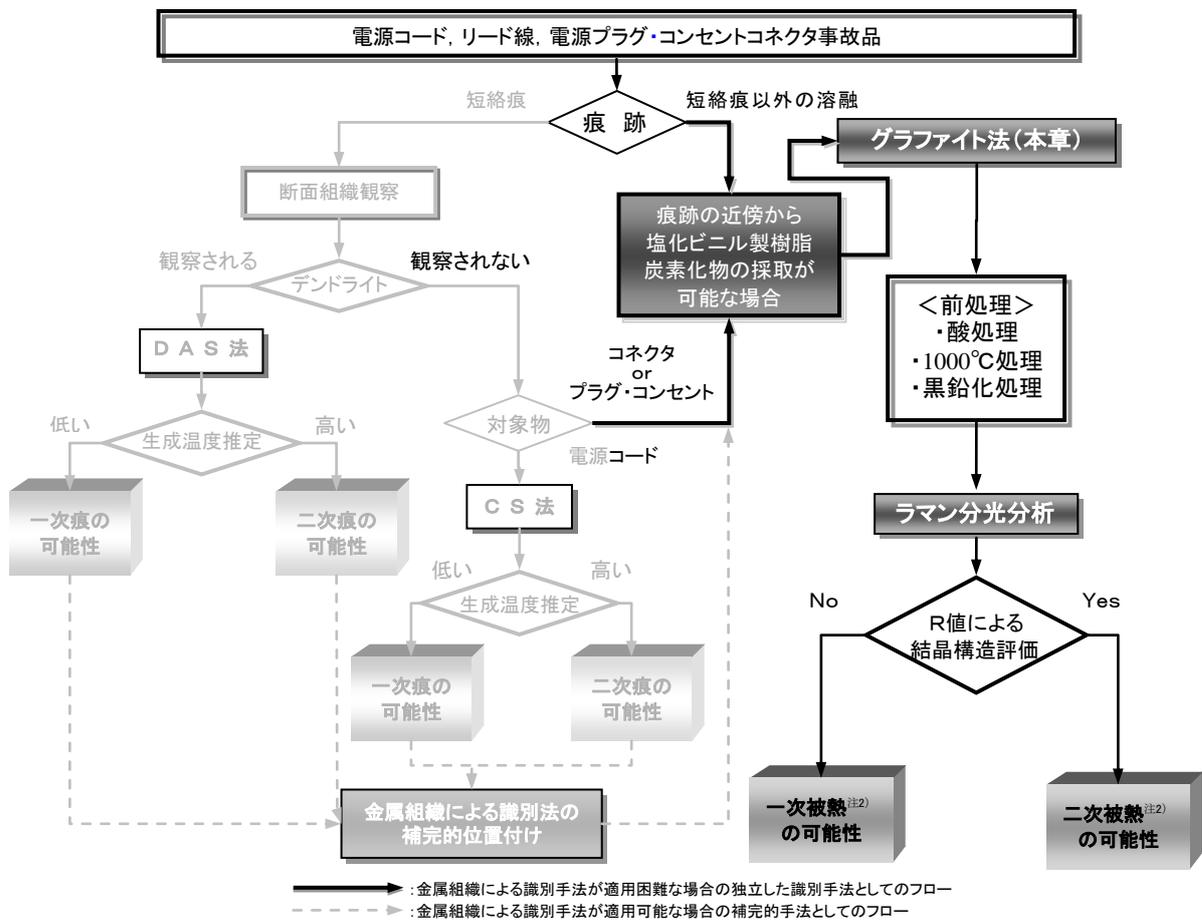


図1 各発火箇所探索手法における本法の位置付けと手法の基本的な流れ

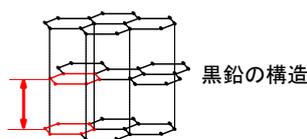
注1) グラファイト法における「異常発熱の有無」について

家電製品の電源プラグ部が短絡によって発火するには、事故発生前に絶縁樹脂を劣化させる異常発熱が必要となる。本章では何らかの不具合によって絶縁樹脂に劣化・炭化などをもたらす異常発熱を「一次被熱」、また他の部位で発火した火災の炎や輻射熱に短時間曝される被熱を「二次被熱」と呼ぶこととする。

注2) 金属組織等の他の識別手法同様にグレーゾーンが存在するほか、いくつかの留意事項がある。そうした留意事項を踏まえると、それらの手法があらゆるケースでの絶対的な一次痕・二次痕識別を行うものではなく、火災現場における周辺情報が重要であることは言うまでもない。したがって、消防、警察等関係機関や家電メーカー等を含めてこれまで公表、蓄積された知見をフルに活用しつつ、それを補完するツールのひとつとしての位置付けが適当である。また、ポリ塩化ビニル樹脂であっても採取した部位の炭素化物が、耐熱コードや耐酸性の優れた樹脂であるといったことが予め周辺情報などから明らか場合は、結果の区分が異なるので注意が必要である。

2. 手法の概要

2.1 原理



回折角 2θ = 面間隔 d_{002}

(1) グラファイト化とは

黒鉛結晶は、層構造を取っている。基本構造単位の炭素六角網面が上図のように互いに平行に積み重なったものである。有機物を炭素化した状態での炭素六角網面は互いに平行で等間隔に積み重なってはいるが、網面同士には規則性がまったくなく、乱雑である。このような構造をWarrenは乱層構造(turbostratic structure)と呼んだ。炭素化した材料を 2000°C 以上の高温に加熱処理すると、網面が成長するとともに、多かれ少なかれ黒鉛的な積層構造が生じてくる。この現象を黒鉛化(graphitization)という¹⁾。

(2) 一・二次被熱の有無を推定する原理

電源コードやリード線、プラグ等に用いられる絶縁材であるポリ塩化ビニルに、一次被熱又は二次被熱があったとき、それぞれが受ける温度・昇温速度・保持時間・雰囲気などの熱履歴には次項2.2のような相違があると考えられる。そのため、その違いに応じて炭素化した状態の試料が、上述の 2000°C 以上の高温の加熱処理をすることによって、各々の熱履歴ごとに黒鉛化の程度が異なる。本法では、そうした熱履歴の差によって生じる黒鉛化の程度をラマン分光光度計による分析から求めることで識別を行う。その具体的な相違については、3.7項のグラファイト法による一・二次被熱推定手順。

2.2 一・二次被熱による炭素化挙動に関する考察

(1) 炭素化・黒鉛化に及ぼす前酸化の影響

一・二次被熱によって炭素化の差異が何故生じるかについて考察する。PVCの溶融温度は、添加剤の種類・量によっても異なるが $80\sim 170^{\circ}\text{C}$ で始まる²⁾³⁾。一・二次被熱での昇温速度には明らかな違いがあり、一次被熱では非常にゆるやかな発熱が長期間続き溶融温度付近の継続時間も長期になる。一方、二次被熱では短時間で火災炎の影響を受け昇温速度は一次被熱と比べものにならない程速い。

ある高分子が炭素化するときに、得られた炭素が難黒鉛化性であるか易黒鉛化性であるかは、分子内の架橋構造の発達程度に依存する。特に酸素の影響は著しく、ピッチなどの熱溶融性原料に酸素を吹き込むことにより、架橋構造の発達を促すことができる。これはピッチ系炭素繊維の製造に利用されている¹⁾。火災は空気中で起こるため酸素の影響を免れ得ない。

炭素化に及ぼす酸素架橋反応という観点から考えてみる。昇温速度の速い二次被熱想定条件では瞬間的に樹脂表層が溶けることで酸素の拡散を阻害し、内部の酸化反応が抑制され、一方、一次被熱想定条件では溶融温度付近の継続時間が長いいため樹脂内部まで酸素が拡散

して架橋構造が発達し、そのため難黒鉛化が進むと考えられる。

そこで、PVC樹脂の炭素化・黒鉛化に及ぼす前酸化の影響について検証するため、表1に示すサンプル^{注3)}No.A1～B2の高温熱処理前の試料の元素分析を行い取り込まれた酸素量の定量を行った。その結果、同表に示すように二次被熱想定^{注3)}の400℃,20minでは全く酸素は導入されず、800℃,20minでも酸素の導入は微かであった。一方、一次被熱想定^{注3)}のNo.A1～A4では保持時間が長くなるにつれ酸素導入が進んでおり、前酸化の影響は前述の考え方と一致した。

表1 高温熱処理前のサンプルの元素分析値

区分	高温処理前の試料			H/C	O/C	Cl/C
	No.	加熱温度	保持時間			
一次被熱想定	A1	250℃	1h	1.04	0.07	0.21
	A2	250℃	25h	0.62	0.26	0
	A3	250℃	50h	0.62	0.24	0
	A4	250℃	100h	0.48	0.34	0
二次被熱想定	B1	400℃	20min	0.92	0	0
	B2	800℃	20min	0.20	0.03	0

注3) サンプル調製方法

無添加PVC粉末試料(重合度800)を蓋なし磁製るつぼに入れ、電気マッフル炉で表1の加熱条件により加熱、保持して調製した。

(2) 炭素化挙動に及ぼす保持時間の影響

また、一・二次被熱での炭素化挙動に影響を与える保持時間について考察すると、図2に示すように同じ一次被熱領域の250℃であっても、1h加熱と25h以上加熱ではその結晶性に差が現れており、250℃,1hは明らかに他の試料より結晶性がよい。

この高い結晶性は、短時間の酸素との接触であったため、その後の1000℃加熱処理において殆どPVCの黒鉛化を引き継いでいるために生じたものと考えられる。

このことは、一次被熱では1hの発熱～発火状態が考えにくいことと、火災時間は通常30分以内の短時間であることを考え合わせれば、低い火災温度における二次被熱による炭素化物もこのような結晶性の高い挙動を持つと考えられ、図2の結果は、推定の際の確度をより高める方向に作用するものと考えられる。

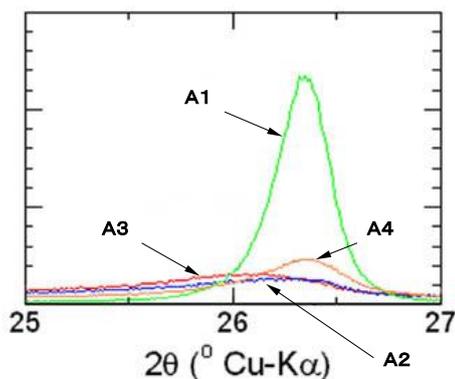


図2 炭素化に与える保持時間の影響

3.1 グラファイト法のフロー

概略の流れは、右の図3に示すようなもので、炭素結晶構造分析の前処理として酸処理および2600℃の高温加熱処理を行うのが本手法の特徴である。

フローは樹脂のタイプによって分岐し、ラマン分光分析によって試料から得られるR値(3.7(1)参照)を、各タイプの区分値と比較することで一・二次被熱の推定を行う。

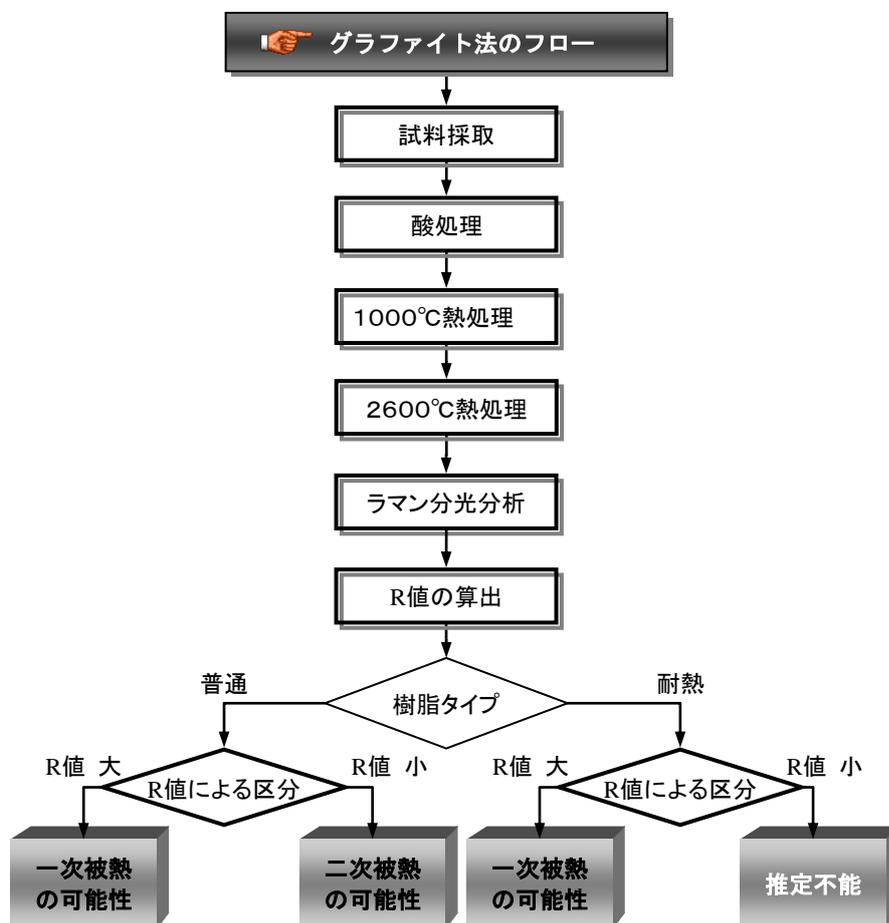


図3 識別フロー

3.2 試料採取

(1) 事故品からの試料採取

○使用器具類

手袋、ピンセット、ペンチ、ニッパ、カッター、カメラ、照明装置など

○外観写真記録

試料採取前のプラグ炭素化物の状態を記録するため、解体前の事故品全体又はプラグ全体の写真を撮影する。必要な場合、実体顕微鏡、ビデオスコープ写真も撮影する。

○分解

あらかじめ目視、軟X線透視装置により内部のかしめ部やコードの状態を観察し、断線、溶融痕などの痕跡がみられる場合は、傷つけないよう注意して分解する。

(2) 試料採取上の留意点

本手法では「出火以前に不具合などによって絶縁被覆が熱分解していたかどうか」が識別のポイントとなる。したがって、コードやリード線が過電流通電によって広範囲に発熱していた場合を除き、試料は短絡痕や溶融痕といった出火の可能性をうかがわせる痕跡の近傍の部位から採取する必要がある。ただし、前処理で減少する分を考慮すると、できるだけ多くの試料を採取する必要がある。また、導線等の金属類は、2600℃加熱時に試料の結晶化に影響を及ぼすことから、これらが混入しないように慎重に採取しなければならない。

炭素化物はもろく散乱しやすいため、試料採取は紙を広げた上で行い、他試料の混入に注意しながらその場でサンプル瓶、チャック付ビニル袋などに入れ、日付・試料No.・特記事項を記載する。

3.3 酸処理

(1) 目的

家電製品に用いられる塩化ビニル製絶縁樹脂には多かれ少なかれ充填剤として炭酸カルシウムが添加されている。このうち、カルシウムは1000℃以上の加熱において試料の結晶化を促進させることが知られており⁴⁾、識別結果に大きな影響を与えることとなる。

この酸処理はそうした妨害物質であるカルシウムを取り除くために行うものである。

(2) 使用器具類

φ 25程度のろ紙(耐酸性)1～10μ m, 分割型吸引漏斗, アスピレータ, 捕集瓶, 50～100mlねじ口瓶, シャーレ, ピンセット, マグネットスターラー, 乾燥機, 蒸留水, 20%塩酸, 濃硫酸など

(3) 処理手順

○塩酸処理

ねじ口瓶に試料, 攪拌子及び20%塩酸約30mlを入れ, 約60℃の温水中で1時間攪拌処理した後, 試料を吸引ろ過する。

ろ過後の試料はろ紙ごとシャーレに入れ約50℃の乾燥機中で乾燥させ, ろ液は濃硫酸約5mlを加えて攪拌したときの白色沈殿の有無でカルシウムの除去状況を定性的に確認する^{注4)}。20%塩酸を替えてこの手順を繰り返し, 濃硫酸を加えろ液に白色沈殿が生じなくなれば塩酸処理を終える。



写真1 酸処理後の試料

(右は硫酸カルシウムが析出, 沈殿した状態)

注4) 硫酸滴下後に白濁が生じ, しばらく放置すると同色の沈殿物が生じる。これは硫酸を加えることで生じた硫酸カルシウムであり, こうした状態が観察される場合は, カルシウムが除去しきれていないということになる。

○沸騰蒸留水による試料の洗浄

次に、ねじ口瓶に試料、攪拌子及び蒸留水約50mlを入れ、沸騰水浴中で1時間攪拌処理した後、試料を吸引ろ過する。ろ過後の試料はろ紙ごとシャーレに入れ約50°Cの乾燥機中で乾燥させる。蒸留水を替えてこの手順を少なくとも2回繰り返す。

○酸処理後の試料

処理後の試料は、小型のサンプル瓶などに入れ試料名、処理名、処理日を記したラベルを付すとよい。

3.4 1000°C熱処理

(1) 目的

1000°C熱処理は、2600°C熱処理に用いるタンマン炉の黒鉛炉心管の不純物による脆化防止と、真空加熱時の炭化水素や低分子化合物による排気系の汚損防止のための前処理として行うものである。

(2) 使用装置・器具類

ガス置換式管状炉、加熱容器(例えば磁製ボート、石英ボート)、薬包紙、スパチュラ(薬匙)、電子天秤、メノウ乳鉢、バーナ、300mmピンセット

(3) 加熱準備

○加熱容器への試料移し替え

薬包紙上の試料を、例えば磁製ボートにスパチュラを用いてこぼれないよう注意しながら移し替え、表面を平らにならしておく。

(4) 1000°C加熱

○昇温プログラムセット

昇温速度は例えば10°C/min、1000°C保持時間は例えば1hにセットする。

○窒素ガスフロー

高純度窒素ガスを、流量2~3ℓ/minで、炉心管容積の約7倍を目安に予め流通させておく。流速及び時間は、炉心管容積によって異なる。

○炉心管への試料挿入

試料の入った加熱容器を炉心管中央部まで、棒などを用いて挿入する。

○加熱及び炉心管清掃

所定時間加熱する。加熱後の炉心管内壁のタール汚損は、300mmピンセットを用いラボティッシュなどに染み込ませたアセトンで拭き落とした後、バーナ炎で加熱して清掃する。なお、パッキンを清掃する場合はメタノールを用いる。

○試料取り出し及び秤量

加熱後、スパチュラを用いて試料を採取し、小型のサンプル瓶などに入れる。サンプル瓶に

試料名, 処理名, 処理日を記したラベルを付すとよい。

3.5 2600°C熱処理

(1) 目的

2600°C熱処理は, 炭素化した試料の網面を成長させ黒鉛的な積層規則性を生じさせる黒鉛化(graphitization)¹⁾を目的に行われる熱処理である。

(2) 使用装置・器具類

タンマン炉, 黒鉛るつぼ, 薬包紙, スパチュラ(薬匙), 電子天秤, メノウ乳鉢

(3) 加熱準備

○加熱容器への試料移し替え

試料をサンプル瓶から薬包紙上に取り出し, 黒鉛るつぼにこぼれないよう注意しながら移し替え蓋をする。

(4) 2600°C加熱

○昇温プログラムセット及び昇温中の雰囲気

昇温速度及び昇温中の炉内雰囲気条件の例を以下の表2に示す。

表2 昇温条件の例

工程	設定温度(°C)	時間	昇温中の雰囲気
昇温中	2000	約 5 時間	真空
	2600		純アルゴン
処理	2600	1 時間	純アルゴン



写真2 タンマン炉(例)

○炉心管への試料挿入

試料の入った黒鉛るつぼをタンマン炉の炉心管 中央部まで, 棒などを用いて挿入する。

○加熱

所定時間加熱する。

○試料取り出し及び秤量

炉内温度が室温まで低下したことを確認し試料を取り出す。取り出した試料は小型のサンプル瓶などに入れる。サンプル瓶に試料名, 処理名, 処理日を記したラベルを付すとよい。

3.6 炭素結晶構造分析

(1) 使用装置・器具類

顕微ラマン分光分析装置, サンプルホルダ他

(2) 試料装填

試料をサンプルホルダに載せ, 分析装置にセットする。

(3) ラマン分光分析装置の測定条件

レーザー波長: 532nm^{注5)}

測定波数範囲: 1000~2000cm⁻¹

注5) 識別には顕微ラマン分光分析で得られるR値を用いる。この値はレーザー波長に依存することから⁹⁾, レーザ波長については上記の値から大きく離れたものは望ましくない。

3.7 グラファイト法による一・二次被熱推定手順

(1) R値の算出方法

本手法を用いて一・二次被熱推定を行うために, 顕微ラマン分光装置から得られたラマンスペクトルからR値を求める必要がある。

R値は以下の手順で求める。

- ① 1580cm⁻¹及び1360cm⁻¹付近のピーク値をそれぞれ求める
- ② それぞれのピーク値からベースライン分の値を差し引き, 次式により求める(図4参照)

$$R値 = \frac{(1360\text{cm}^{-1}\text{付近のピーク値})}{(1580\text{cm}^{-1}\text{付近のピーク値})}$$

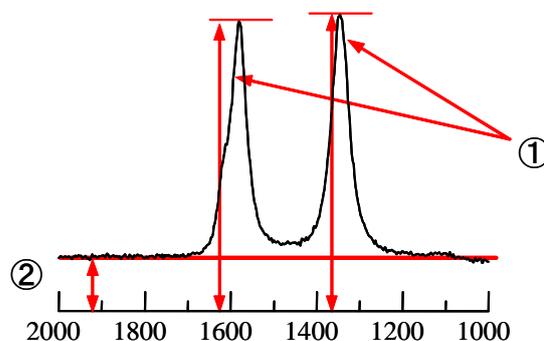


図4 スペクトルからのR値の求め方

(2) R値による一・二次被熱推定

R値による一・二次被熱推定を行う際の参考として, 表3に識別区分参考表を示す。

表3 識別区分参考表（識別区分の設定参照）

対象試料の種類 ^{注6)}	R 値の範囲	区 分
普通タイプのポリ塩化ビニル樹脂	0.4以上	一次被熱の可能性あり
	0.35～0.4未満	グレーゾーン
	0.35未満	二次被熱の可能性あり
耐熱タイプのポリ塩化ビニル樹脂	0.35以上	一次被熱の可能性あり
	0.35未満	推定不能

注6) 対象試料の種類は、例えば事故品の型番等が判明し、メーカー等への調査の結果から耐熱性が否かの情報が得られた場合に用いることとなる。樹脂の耐熱性が不明な場合は耐熱タイプの区分を用いる。

＜識別区分の設定＞

識別区分の「R値の範囲は」、次の実験データに基づいて設定したものである。

（i）識別区分用データの取得

一・二次被熱の推定区分に用いるデータの取得を目的として、無添加PVC粉末^{注7)}（以下「無添加PVC」という）及び実際のリード線被覆、電源コード被覆、電源プラグに用いられているポリ塩化ビニル絶縁樹脂（以下「リード線」、「電源コード」、「電源プラグ」という）を、参考表1及び2の一次・二次想定で加熱した後、前理^{注8)}した試料の炭素結晶構造を、ラマン分光分析装置を用いて測定し、得られたラマンスペクトルからR値^{注9)}を求めた。

その結果、参考表1及び2に示すとおり無添加PVCのR値は一次想定0.87～1.44（平均0.99～1.32）、二次想定0.17～0.37（平均0.22～0.35）、各種絶縁樹脂のR値は一次想定0.76～1.46（0.86～1.33）、二次想定0.21～0.39（平均0.27～0.34）の値を示し、一次想定は大きく乱層黒鉛の特徴が、二次想定は小さく黒鉛的な結晶が進んでいる特徴が認められた。

ただし、参考表2の耐熱タイプ試料No.4の一次想定はR値は0.21～0.38（平均0.30）で、二次想定は0.21～0.35（平均0.29）とほぼ同様の値を示した。

注7) 予備実験において無機充填材成分のカルシウムに触媒黒鉛化作用があり、難黒鉛化性炭素の特徴を持つ一次痕であっても当該作用によって黒鉛化が進み二次痕の特徴を示す場合のあることが分かったので、各種絶縁樹脂の成分分析結果（無機充填材量；主成分炭酸カルシウム 6.7～23.4wt%、平均15.6wt%）から、無添加PVC粉末に15wt%の炭酸カルシウムを添加したものを試料とした。

注8) 3項の識別手順に示す酸処理、1000℃処理、2600℃処理。

注9) R値とは炭素材料分野で黒鉛結晶性評価に用いられるパラメータのひとつで⁹⁾、1580cm⁻¹付近のピーク(Gバンド)に対する1360cm⁻¹付近のピーク(Dバンド)の比。求め方は3.7(1)項に示すとおりで、黒鉛構造の発達著しいほど1360cm⁻¹のバンドは弱くなる⁹⁾。また、参考表中の個別データについては加熱条件ごとの各試料についてそれぞれ5回ずつ測定を行ったもの。

参考表1 無添加PVCの加熱条件及びR値

想定条件	加熱条件		R値(D/G比)	
	温度(°C)	時間	個別データ	平均値
一次	250	100h	0.87~1.06	0.99
	200	336h	1.22~1.40	1.32
	200	672h	1.15~1.44	1.30
二次	350	20min	0.23~0.37	0.30
	400		0.17~0.30	0.23
	450		0.23~0.29	0.26
	600		0.20~0.25	0.23
	800		0.19~0.24	0.22

参考表2 各種絶縁樹脂の加熱条件及びR値

想定条件	No.	試料	加熱条件		R値(D/G比)	
			温度(°C)	時間	個別データ	平均値
一次	1	リード線 (普通A)	250	100h	0.83~1.11	1.00
	2	リード線 (普通B)			0.60~0.77	0.64
	3	電源コード (普通)			0.83~1.00	0.91
	4	電源コード (耐熱)			0.21~0.38	0.30
	5	電源プラグ (普通A)			0.81~1.12	0.94
	6	電源プラグ (普通B)			0.76~0.96	0.86
二次	1	リード線 (普通A)	800	20min	0.24~0.38	0.34
	2	リード線 (普通B)			0.29~0.39	0.34
	3	電源コード (普通)			0.21~0.38	0.30
	4	電源コード (耐熱)			0.21~0.35	0.29
	5	電源プラグ (普通A)			0.24~0.31	0.29
	6	電源プラグ (普通B)			0.24~0.30	0.27

(ii) 普通樹脂と耐熱樹脂の識別区分範囲について

表2の識別区分に示した「R値の範囲」は、参考表1及び2の結果を基に設定したものである。ただし、耐熱樹脂については、前述の耐熱タイプ(試料No.4)の結果から、R値0.30~0.35の領域で一・二次の識別ができないか、一・二次がオーバーラップするグレーゾーンと考えられるため、普通樹脂と耐熱樹脂の識別範囲区分を別に設定した。

なお、耐熱タイプ試料の一次と二次条件とで同様の結果を示した点については、示差熱分析を行い考察した結果、熱分解温度に起因すると思われるものの、明らかな理由については不明である^{注10)}。

注10) 示差熱分析の結果、耐熱樹脂のNo.4の熱分解温度は268°Cで、普通樹脂No.2の232°C、No.3の235°Cに比べ30°C以上高い値を示したことから、一次想定加熱条件では十分な熱分解が起こらず、普通樹脂試料ほど分子中への酸素導入が進まず酸素架橋構造が形成されない状態で高温処理(1000°C、2600°C処理)が行われたため、一・二次想定で差のない結果を示したと思われる。

(3) 本手法における制約事項および留意事項

ただし本手法には、次のような制約があるので留意が必要である。

本法は、絶縁樹脂炭素化物が火災現場から回収されたときのみ有効であるという制約があるほか、原理上、火災温度以下の低温履歴(温度・昇温速度・保持時間・雰囲気)に依存する方法であることから、区分値にはグレーゾーンが存在する。

また、当該手法はコード短絡痕や溶融痕などの他の痕跡を手掛かりに、その痕跡周辺から炭素化物を採取する必要があり、コネクタ接続部やコードのかしめ部などで局部的な発熱によ

り発火したケースではR値が大きくなった炭素化物，すなわち一次被熱の痕跡を見つけられるか否かが重要となる。したがって，測定の結果，R値が小さかったからということで「二次被熱を受けた部位と推定する」といった使い方よりも，R値が大きかった場合に「一次被熱が考えられる」といった使い方の方がよりふさわしいと言える。

こうした留意事項を踏まえると，本法はあらゆるケースでの絶対的な一・二次痕識別を行うものではなく，火災現場における周辺情報が重要であることは言うまでもない。したがって，消防，警察等関係機関や家電メーカー等を含めてこれまで公表，蓄積された知見をフルに活用しつつ，それを補完するツールのひとつ」としての位置付けが適当である。

4. 謝 辞

群馬大学大学院工学研究科の大谷朝男教授，尾崎純一助教授の両博士には試験，データ取得・解析に関わる多大なご協力をいただきました。また，プラス・テック(株)コンパウンド営業部の今井修氏には快くポリ塩化ビニル試料準備にご協力をいただいたほか，(株)仲野電機製作所 洞澤昇作氏，平河ヒューテック(株) 松永雄二氏には貴重な技術データをご提供いただきました。富田電機株式会社の川本慶子，森村悦夫，金子健一，大山茂明の各氏には，不具合条件を与えたコネクタ試料の作製にご協力いただきました。さらに試料の分析では，東北大学理学部附属化学機器分析センターの安東比那子氏にご協力をいただいたほか，(株)環境技研の高村実氏にも各種絶縁物の分析でご協力いただきました。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 炭素材料学会：新・炭素材料入門，(株)リアライズ社，1998
- 2) 三輪忠広：合成樹脂の化学，(株)技報堂，1975
- 3) 桜内雄二郎：プラスチック技術読本，(株)工業調査会，1993
- 4) Naoto Tsubouti : Carbon Crystallization during High-Temperature Pyrolysis of Coals and Enhancement by Calcium, Energy & Fuels AN AMERICAN CHEMICAL SOCIETY JOURNAL,2003
- 5) 片桐 元：炭素材料のラマンスペクトルおよびその新しい応用，炭素材料学会「炭素」誌No.175, 1996
- 6) 中溝 実：ラマン分光，炭素材料学会，1977

技術資料1 プラグ・コンセントの発熱要因推定手法

目 次

	ページ
1. 本法の概要	1
1.1 全体フロー図	3
1.2 準備（共通）	3
2. スパーク痕による要因推定法	4
2.1 生成位置による推定法	4
(1) 生成位置の観察	4
(2) 要因推定方法	4
2.2 スパーク痕面積による負荷電流値の推定法	5
(1) 面積の測定	5
(2) 負荷電流推定方法	5
3. かしめ高さの計測	6
(1) 栓刃とコードの接続方法	6
(2) 異常の有無の確認方法	7
4. ねじ高さの計測	7
5. プラグ・コンセントの不具合使用実態	7
5.1 コンセントの使用年数	8
5.2 使用容量	8
5.3 各種テスト	9
5.4 テストの結果	10
(1) 外観観察	10
(2) 軟 X 線透視観察	11
(3) テスト結果～その 1 (全サンプルが対象のテスト)	12
(4) テスト結果～その 2 ((3)のテストで絞り込んだサンプルに対するテスト)	13
6. まとめ	14
7. 謝 辞	15
参考文献	15

技術資料1 プラグ・コンセントの発熱要因推定手法 (プラグ・コンセントの発火残存物からの発火原因推定手法)

本手法は、火災現場から回収されたプラグ・コンセントの金属部品の痕跡を解析し、事故品が発熱～発火^{注1)}に至った現象の発熱要因を推定する手法である。

また、手法とは直接関係しないものの、後段には過去に当所で行った「プラグ・コンセントの不具合実態調査」についても掲載する。これは、一般家庭で使用されているこれらの製品にどのような不具合が生じているか及びそのサンプルを入手する目的で行ったものであるが、実際の発熱要因推定の参考になるものとする。

注1) 発火の便宜的呼称

発火とは、種火がないときの着火(自然発火ともいう)と通常定義される。着火には種火があるときの着火(引火ともいう)もある¹⁾。本章で発火と呼称しているのは用語的には後者の着火と考えることができるが、本章ではこの後者の着火を、便宜的に火を発する現象という意味で、広義に発火と呼称することとする。

1 本法の概要

プラグ・コンセントの発熱・発火要因としては、トラッキングが特に知られているところであるが、実際には各部の接続箇所での接触抵抗などを考えると以下のとおり多岐に渡る。

本法では、こうした多種多様な発熱・発火要因の中から、ごく一部ではあるものの、当所での発火再現実験を通して得られた知見に基づき、事故品の不具合要因を推定するのに必要な観察の観点を示す。

なお、発熱発火現象にはジュール発熱によるもののほか酸化発熱現象によるものが知られている^{2~4)}。また、複合要因による発火も考えられることから、これらの観点も併せた総合判断が必要である。

表1 プラグ・コンセント部分で考えられる発熱要因

発熱要因		発熱部位	不具合の内容	備考
大分類	小分類			
受差し刃間の接触不良	プラグ栓刃の変形	栓刃と刃受けの接続部位	変形した栓刃をコンセントに差し込むことで刃受けと栓刃の接触面積が低下して接触不良から接触抵抗が増大したり、刃受けの保持力が低下することで接触抵抗が増大し、発熱する。	
	差込不足	栓刃と刃受けの接触部位	差し刃が十分差し込まれていないために、接触面積が減少して接触不良から接触抵抗が増大して発熱する。	
	保持力不足	栓刃と刃受けの接続部位	コンセントの刃受けの間隔が開いて接触圧が低下し、接触不良から接触抵抗が増大、発熱に至る。	
	挿抜繰り返	栓刃と刃受けの接続部位	プラグの挿抜を繰り返す間に栓刃もしくは刃受けの表面が荒れたり、減肉することで接触不良から接触抵抗が増大して発熱する。	単独要因で発火にいたるとは考えにくい

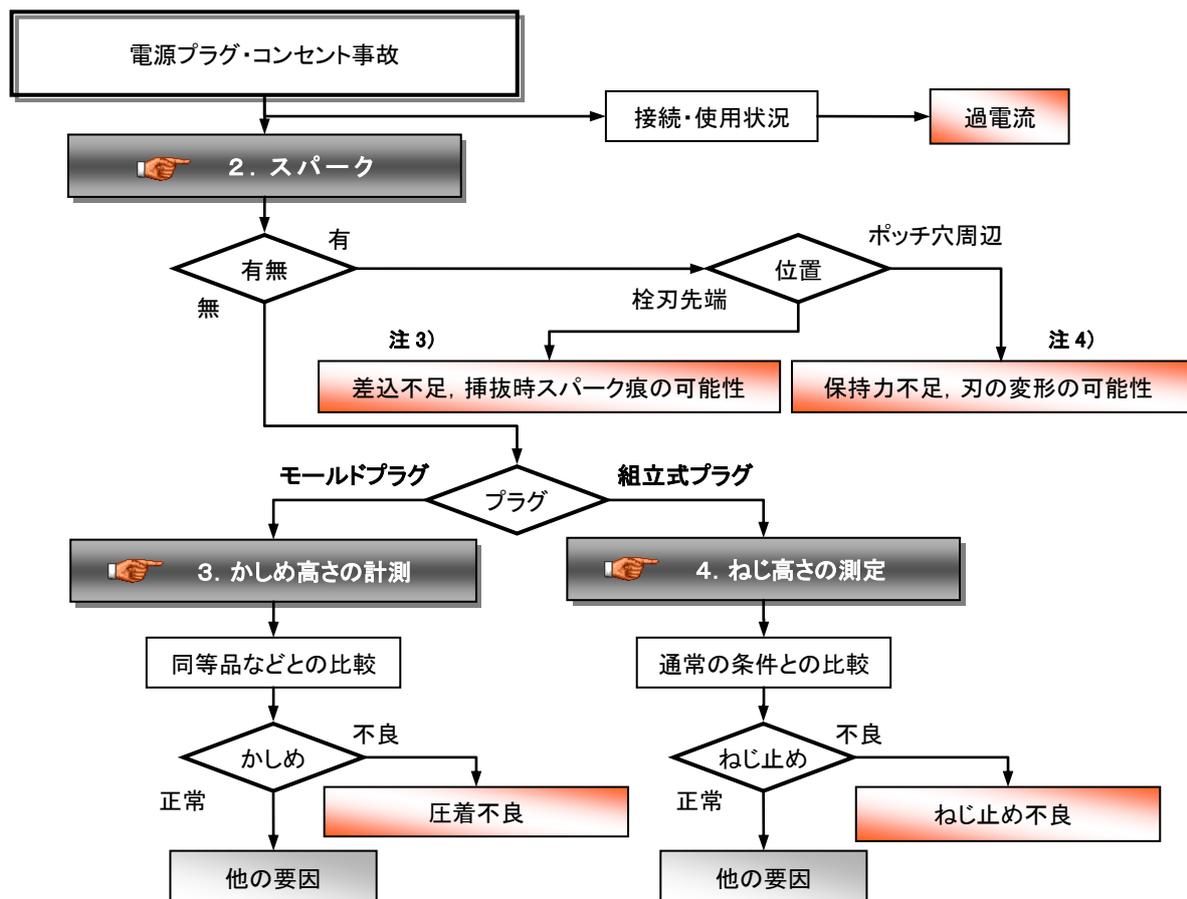
	片刃受け コンセント	栓刃と刃受け の接続部位	「両刃受け」の場合に比べて接触面積や接触圧が小さいために接触不良から接触抵抗が増大し、発熱する。	現在、片刃受けコンセントは非常に少ない。また、当所の実験では発火を再現できなかった。
接合部の 接続不良	かしめ部腐食	主にプラグの 栓刃と電源コ ードの接続部	器具付きプラグの整形時に腐食性物質が付着することで使用中に腐食が進行し抵抗値が増大して発熱する。	かなりレアなケース と思われる
	ねじ止め不良	組立式のプラ グやタップでの コード接続部 など	ねじ止めでコードを接続する場所で締め付け不足などの不良があると、その部位で接触不良が生じて接触抵抗の増大から発熱する。	
	圧着不良 (かしめ不良)	主に器具付き プラグの栓刃 とコードの接 続箇所	発熱メカニズムはねじ止め不良と同じ。 コードとの接続をねじ止めとしているか、かしめているかの違い。	
	端子部差込 不足 (電線差込不 良)	埋込コンセ ントのFケーブル 接続部位(ね じ無し端子の 場合)	コンセントへの電源接続がねじ無し端子による場合に、電源線のFケーブルが十分な長さで挿入されていない場合に生じる。	
その他	過負荷	コードやプラ グ、コンセント を含む導体全 体	多くはたこ足配線によって生じる。	
	トラッキング (1) 表面トラッキング	プラグの栓刃 間	プラグ栓刃間の絶縁樹脂表面に付着した塵埃が吸湿時に通電し、その発熱によって絶縁樹脂表面が炭化し、やがては絶縁破壊に至る現象。	100V系で実際に 生じているのか疑 問 ^(注2)
	トラッキング (2) 内部トラッキング	主に器具付き プラグの内部	過負荷での使用やプラグやコンセントの各種の不具合があった場合の結果として生じる。	

注2) 「3 プラグ・コンセントの不具合使用実態」参照

1.1 全体フロー図

事故原因の推定で重要な手掛かりとなるのは、罹災者の証言である。特に過電流のような発熱要因では現場に残されたプラグ・コンセントの接続状況のほか、それぞれがどのような機器のプラグかといった情報を証言の中から特定し、おおよその消費電力の合計を推定する必要がある。

その結果、過電流以外の要因が考えられる場合は、そうした周辺情報による要因の絞り込みの後、各種金属部品に残された痕跡から他の要因を検討することとなる。



注3) 当所であるメーカーのコンセント型式について1万回の挿抜繰り返し試験を行った結果、「挿抜繰り返しによる栓刃の摩耗、変形については、その接触抵抗の値などの点で単独要因では発火に至る可能性が低い」ことがわかった。⁵⁾

注4) コンセント刃受けの保持力低下では、さらにそれをもたらした要因(例えばコンセント背面の電線接続不良やプラグ側の電線接続不良、変形した栓刃の無理な挿入など)を推定する必要がある。

1.2 準備(共通)

- (1) 外観写真記録: 事故品, 回収品の全体写真, 拡大写真を撮影する。
- (2) 分解前の観察: 目視, 軟X線観察により回収品の状態を調べる。
- (3) 刃及び刃受けの回収: 注意事項としては刃の内側, 外側を区別しておく。
- (4) 使用器具類: 手袋, ピンセット, ペンチ, ニツパ, カメラ, 照明装置など。

2 スパーク痕による要因推定法

ここでは事故品に微少なスパーク痕が見られた場合に、その発生位置から発熱要因を推定するための観察方法について述べる。

2.1 生成位置による推定法

(1) 生成位置の観察

目視及びマイクロスコープ(実体顕微鏡)等でプラグ・コンセントの刃及び刃受けの表面を観察し、スパーク痕の生成位置を調べる。

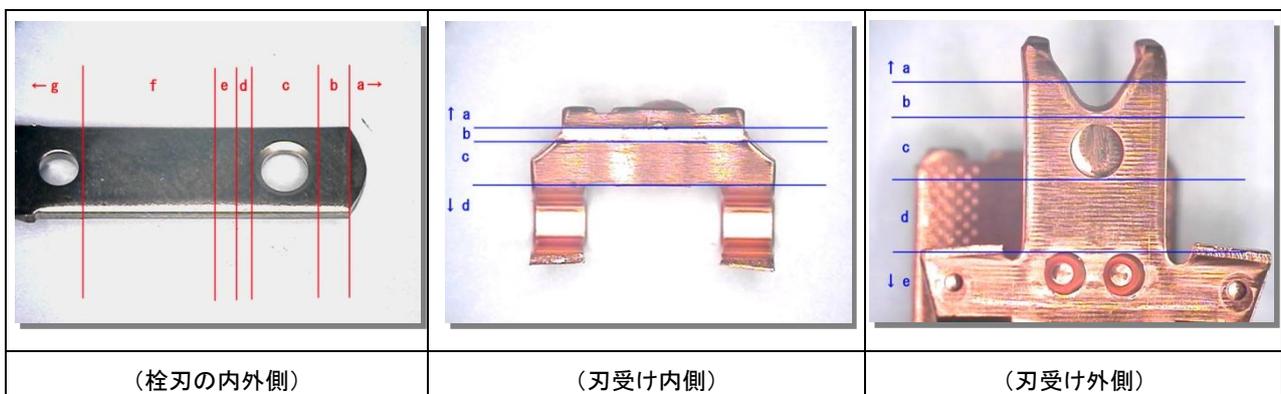


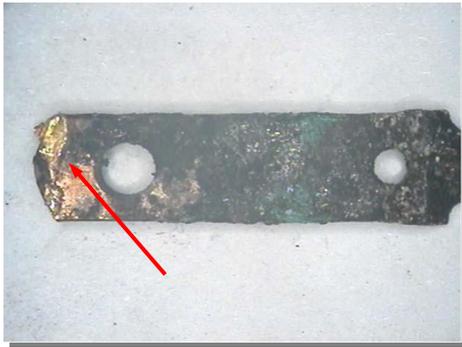
写真1 スパーク痕生成位置の区分け(例)

(2) 要因推定方法

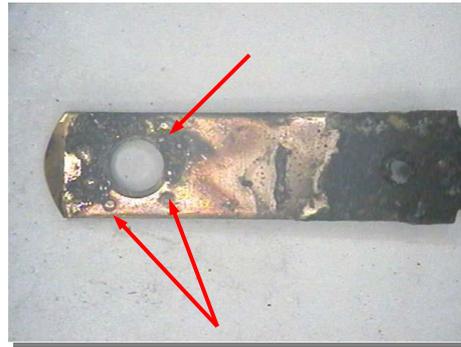
スパーク痕の生成位置が、表2の各部の場合、右欄を参考に発熱要因を推定する^{注5)}。

表2 生成位置による区分

プラグ		コンセント刃受け(内側)		コンセント刃受け(外側)		想定される発熱要因
生成位置	写真1での位置記号(例)	生成位置	写真1での位置記号(例)	生成位置	写真1での位置記号(例)	
先端部	a,b	先端部	a	先端部	a	プラグ刃挿入不足 コンセント側で外側、内側のいずれか一方にのみ痕跡が認められる場合は、「通電状態でのプラグの挿抜」が考えられる
ボッチ穴 周辺	c d	接触部	b	ボッチ穴 周辺	b c	コンセントの保持力不足



(差込不足発火サンプル)



(保持力不足発火サンプル)

写真2 スパーク痕生成位置例

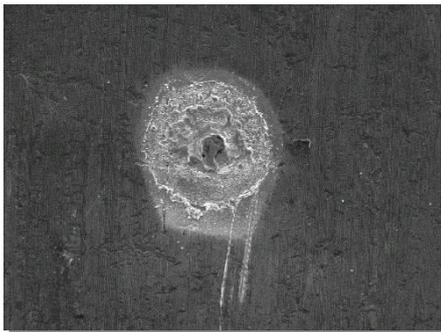
注5) 留意事項: ただし、刃受けの形状は製品によって異なることから、刃受けの形状を調べるとともに刃を刃受けに挿入して両者のスパーク痕位置を確認した上で、表1を参考に要因推定を行う必要がある。

2.2 スパーク痕面積による負荷電流値の推定法

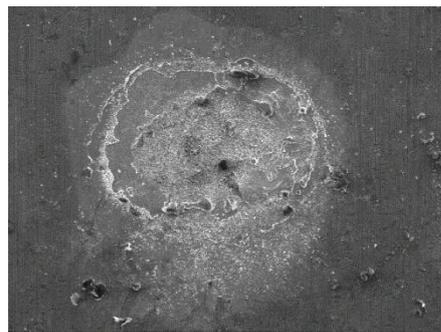
(1) 面積の測定

プラグ刃スパーク痕のSEM画像から、画像解析ソフトにより痕跡の面積を測定する^{注6)}。

注6) 留意事項: 同一箇所にも複数回のスパーク痕が生じている場合と同一箇所1回のものとは面積・形状が異なることから、本方法は現時点で、同一箇所1回のスパーク痕のみに適用するものとする。



(3.5A ; ×200)



(14A ; ×150)

写真3 スパーク痕SEM画像

(2) 負荷電流推定方法

(1)で測定したスパーク痕面積から、図1のS-I直線を目安に電流値を推定する。

併せて、周辺状況及び接続されていた製品の定格消費電力から電流値を推定し、プラグ・コンセント及びコードの定格値と比べ過電流か否か判断する。

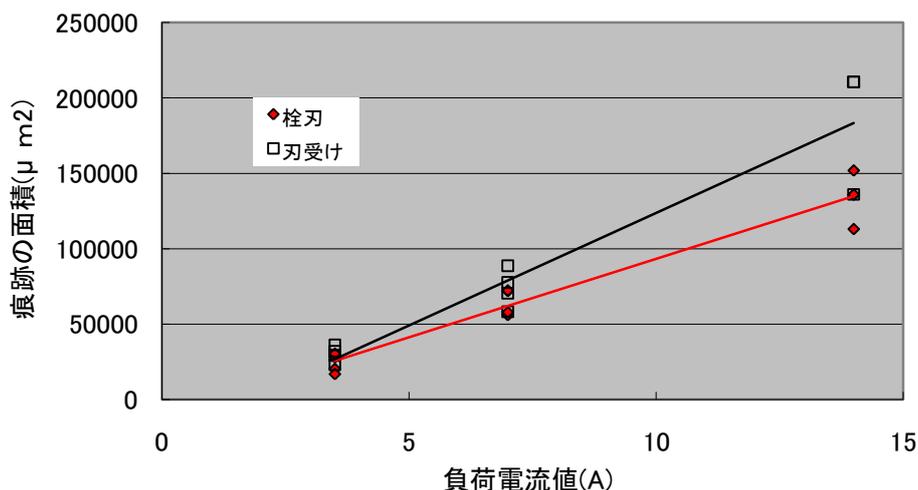


図1 S-I直線(スパーク痕面積と負荷電流値の関係直線)

3 かしめ高さの計測

(1) 釘刃とコードの接続方法

器具付きのプラグでは、釘刃材料の後端部をかしめる方法によりコードと接続していることが多い。

メーカーや型式、定格電流等によってもかしめの形状が異なる場合があります。定格電流が大きなものでは、かしめた部位をさらにスポット溶接する場合もある。



写真4 器具付きプラグでの釘刃とコードの接続例(モールド樹脂を除去した状態)
導体(電源コード)

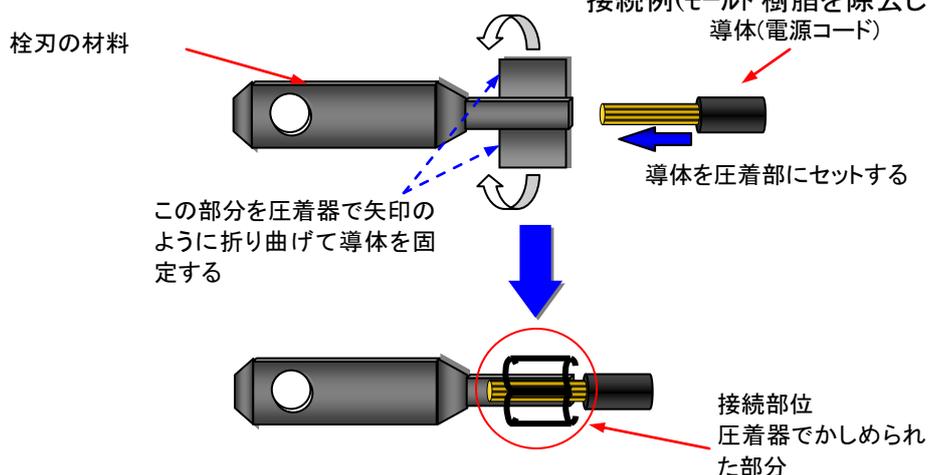


図2 かしめによる釘刃とコードの接続例

かしめの作業はかしめを行う圧着器のかしめ圧や、かしめた後のかしめ部の高さで管理されていることが多く、適切に接続されていないと次のような異常が生じる。

- ・かしめ圧が低く、かしめ高さが高い
→ 釘刃と導体の接続が不十分なことから接触抵抗を生じ、異常発熱の要因となる。
- ・かしめ圧が高く、かしめ高さが低い

→必要以上のかしめ圧で圧着されるため、圧着部でコードの素線切れが生じ、半断線から異常発熱の要因となる。

(2) 異常の有無の確認方法

火災現場から回収された器具付きのプラグで、家電製品のメーカーや型式などが確認できる場合、写真4の赤円で示した部分の高さをノギスで測るなどして、正常品との比較を行う。ただし、火災現場では延焼中の落下物や消火作業中の踏みつけといった物理作用が加えられるおそれがあることから、測定対象にそうした出火後の不自然な作用が加えられていないか慎重に検分する必要がある。

4 ねじ高さの測定

組立式のプラグやコード・コネクタ、テーブルタップなどでは、栓刃や刃受けとコードの接続はねじ締めで行われる。

このねじ締めが不十分だとやはり接触抵抗が生じて異常発熱の要因となる。

火災現場でこのような器具が見つかった場合は、接続されていた導体の径を考慮し、ねじ高さをノギスで測るなどして、正常に接続されていたか確認することが必要である。

なお、かしめ高さ同様、出火後にこの高さが変わるような物理作用を受けていないかどうかについて、慎重に検討すること。

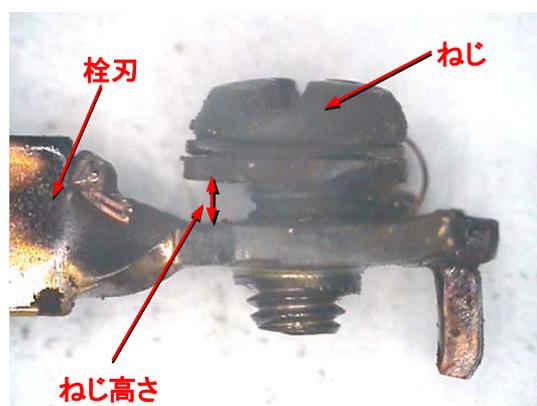


写真5 組立プラグにおけるコード固定部(例)

5 プラグ・コンセントの不具合使用実態

当該調査は、平成12年度に「家電製品の発火箇所特定のための手法開発」を目的とした調査の一環として実施したものである。

収集は財団法人関東電気保安協会のご協力の下、一般家庭への定期的な電気設備の安全調査の中で変形、変色もしくは使用時の異臭や発煙などの観点で使用者への問診を行い、申し出のあったもののうち交換の了解が得られたものについて新品と交換することで行った。また、同時に接続負荷の種類、使用年数、設置場所といった周辺情報の収集についても行っている。

最終的な調査対象世帯数は関東地区の約88万世帯にのぼり、そこから104件のサンプルを入手(うち62件ではプラグとのセットで回収)できた。

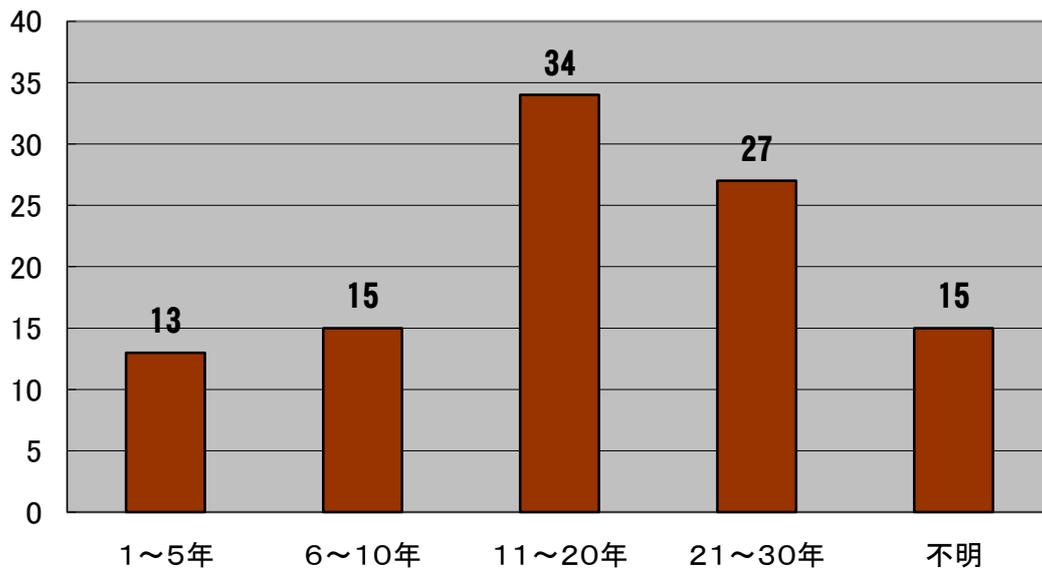
当所では、そうして入手したサンプルについて、外観観察、軟X線透視観察のほか各種計測を行い、市場で使用されているプラグ・コンセントの不具合に関する実態の把握に努めた。

5.1 コンセントの使用年数

入手したコンセントの使用年数の分布については、以下のような結果であった。

得られた情報の中では11～20年のものが多い、との結果であった。使用年数が1～5年と非常に短いものもみられるが、サンプルには集合住宅から提供されたものもあることから、「以前の入居者の使用中に不具合が顕在化したことも考えられる」ことから、注意が必要である。

コンセントの使用年数



5.2 使用容量

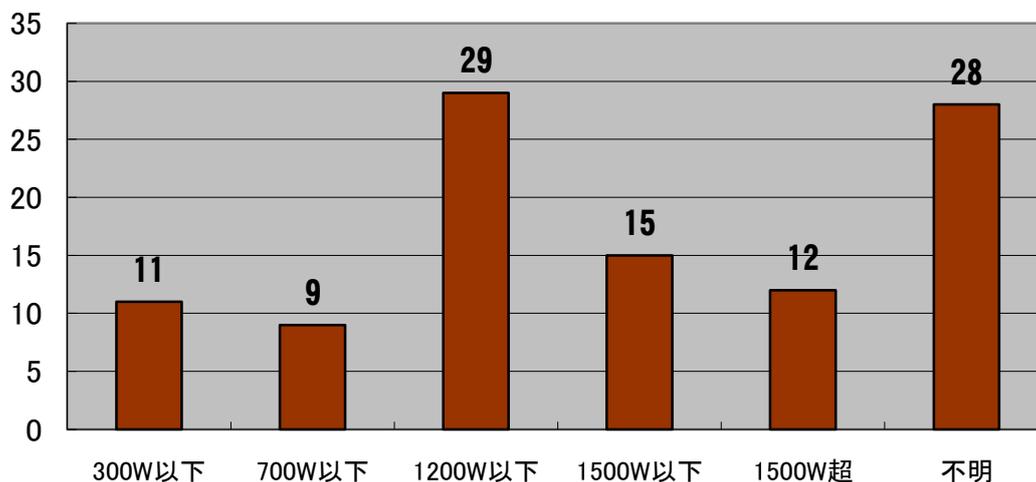
接続された負荷の消費電力は以下のような状況であった。

1200W以下の部分が多い、との結果であった。

300W以下と非常に小さいものも見られるが、使用年数と同様に、例えば集合住宅で以前の入居者の際に既に不具合が始まっていた可能性が考えられる。つまり収集時の負荷ではなく、それ以前に接続されていた負荷が原因である可能性も考えられる。また、発熱要因として、コンセントへの電線接続が不十分な場合は消費電力が小さい場合でも不具合として顕在化してくることがあるものと思われる。

なお、1500W超については、一般家庭で用いられているコンセントの定格やブレーカの容量の点で不自然であるが、ここに記載したものは聞き取り調査で得られた接続機器に関する情報のうち、その消費電力を合計したものである。すべての機器が常に機器に表示された電力を消費しているとは考えにくく、この情報のみを持って「過負荷使用が日常的に行われている」ことには繋がらない。ここではあくまで参考的な値として示している。

使用容量



5.3 各種テスト

収集されたサンプルの状況を把握するため、表3に掲げたとおり各種のテストを行った。

(1)～(4)のテストにより全サンプルの中から状態の著しく悪いものを絞り込み、絞り込まれたサンプルに対して(5)～(6)のテストを実施した。

表3 不具合サンプルを対象に実施したテスト項目

テスト項目	対象試料	方法及び使用機器
(1)外観観察	全サンプル	目視及び実体顕微鏡
(2)軟X線観察		軟X線による透視観察
(3)保持力測定		測定用の正常プラグを用いてプッシュプルゲージにより3回測定し、その平均値を求める
(4)絶縁抵抗		プラグ、コンセントごとに500V 絶縁抵抗計を用いて測定
(5)接触抵抗	(1)～(4)の結果から絞り込まれたサンプル	極性を変えながら直流1Aを通電したときの電圧降下を測定し、平均化する。プラグ/コンセントのセット(プラグとセットで回収されたもののみ)、コンセントのみ、プラグのみのそれぞれについて測定
(6)温度上昇試験		コードの定格電流を通電し、プラグの栓刃間に置いた熱電対により1時間後の到達温度を記録する

5.4 テストの結果

(1) 外観観察

収集されたサンプルには、コンセント刃受け口部が溶融、変形、変色しているもの、プラグの栓刃根元部分が溶融、変形しているもの、電線接続部の周辺が炭化、変色しているものなど各種の異常が認められたが、プラグ栓刃の樹脂表面に炭化導電路が生じるいわゆる表面トラッキング現象を生じたものは見られなかった。

以下に代表的なサンプルをいくつか紹介する。



写真6

接続負荷: エアコン

使用年数: 3年

最大消費電力: 1200W

プラグが黒く変

色しているほか、刃受け口にも変色が見られる



写真7

接続負荷: 電子レンジ

使用年数: 25年

最大消費電力: 1000W

プラグ栓刃の根

元部分で樹脂が盛り上がっている



写真8

接続負荷: エアコン

使用年数: 26年

最大消費電力: 不明

コンセント裏側で電線の被覆が炭化していた例。プラグは入手できなかったが、電線を固定するネジの締め付け不良が考えられる

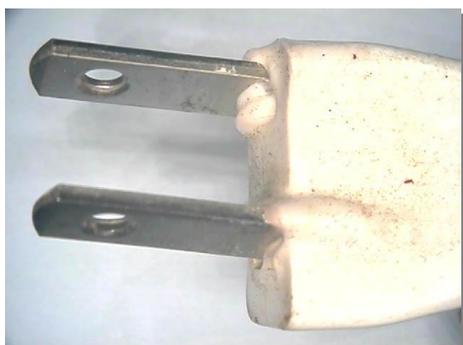


写真9

接続負荷: 不明

使用年数: 不明

最大消費電力: 不明

モールド樹脂が著しく変形したプラグ



写真10

接続負荷: 卓上蛍光灯

使用年数: 25年

最大消費電力: 30W

モールドプラグの樹脂が片極のみ栓刃根元で溶融, 変形, 炭化している



写真11(写真10とペアで収集されたコンセントの背面部)

接続負荷: 卓上蛍光灯

使用年数: 25年

最大消費電力: 30W

背面部の電線接続部が炭化し, 外郭樹脂の一部が欠落していた。負荷が小さく, 当該部分での電線接続不良が発熱要因である可能性が考えられる



写真12

接続負荷: エアコン他

使用年数: 27年

最大消費電力: 約1000W

栓刃のポッチ穴周辺におびただしいスパーク痕が見られ, 何らかの要因によって刃受けの保持力が低下したことが考えられる

(2) 軟X線透視観察

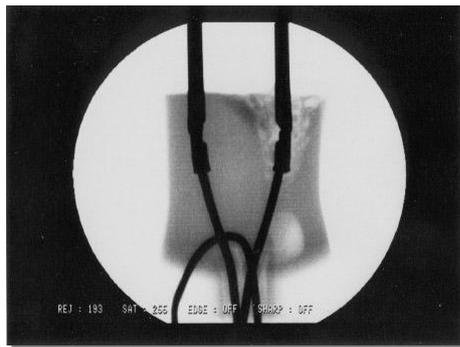


写真13

接続負荷: 卓上蛍光灯

使用年数: 25年

最大消費電力: 30W

写真8に示したモールドプラグ。片極の栓刃根元から樹脂の内部に樹脂が変質している様子が伺われる。変質は栓刃根元に向かってラッパ状に広がっており, 栓刃と電線接続部周辺に変質の中心が無い。異常発熱がコンセントからもたらされているのがここでもわかる

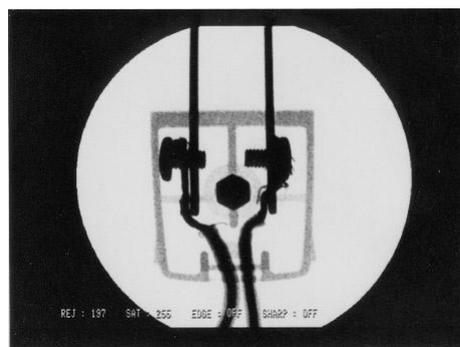


写真14

接続負荷: 冷蔵庫

使用年数: 10年

最大消費電力: 200W

冷蔵庫の器具付きプラグのはずが, 組立プラグのサンプル。元のモールドプラグは何らかの理由で交換されて

いることが考えられる。向かって左側の栓刃で電線を接続するネジの締め付け不良が見られる

(3) テスト結果～その1(全サンプルが対象のテスト)

コンセントの保持力測定ではJISにおける基準値「定格電流15A以下で10～60N」を下回ったものが合計27点あった。保持力がここまで低下すると挿抜の際に異常と感ずることもできるが、冷蔵庫や電子レンジ、エアコンなど、通常挿抜して使用しない電気製品では、保持力の異常を知覚することは困難と考えられる。

実際に聞き取り調査の結果から、集められたサンプルの多くは、通常あまり挿抜しない製品が接続されているものであった。

表4 テスト結果～その1 全サンプルを対象とした非破壊試験の結果

テスト項目	結果	サンプル数	
		コンセント	プラグ
保持力	5N 未満	13	-
	5N 以上～10N 未満	14	-
	10N 以上	77	-
絶縁抵抗	10 ⁴ 台 MΩ 未満	3	10
	10 ⁴ 台 MΩ	12	7
	10 ⁵ 台 MΩ	17	21
	10 ⁶ 台 MΩ	50	21
	10 ⁷ 台 MΩ	18	21
	測定不能	4	1

絶縁抵抗は、JISにおける基準値5MΩを下回るものは無かった。例えば新品時のプラグの両栓刃間の絶縁抵抗を10⁶MΩほどだとすると⁶⁾、多くのサンプルが良好な状態を維持していたことになる。



写真15

接続負荷: 冷凍ショーケース

使用年数: 15年

最大消費電力: 180W

絶縁抵抗: 1.5×10⁰MΩ

栓刃の根元で樹脂が盛り上がっているが、栓刃間の樹脂表面に炭化導電路は生じていない



写真16

接続負荷: テレビ

使用年数: 30年

最大消費電力: 不明

絶縁抵抗: 4×10¹MΩ

写真13のサンプル同様の状態。栓刃間にまったく異常は認められない



写真17

接続負荷:湯沸器, こたつ, 炊飯器

使用年数:20年

最大消費電力:最大1800W

絶縁抵抗: $4.9 \times 10^2 \text{M}\Omega$

栓刃稼働式のプラグで、油煙による汚損が著しいサンプルだが、栓刃間に炭化導电路は形成されていない

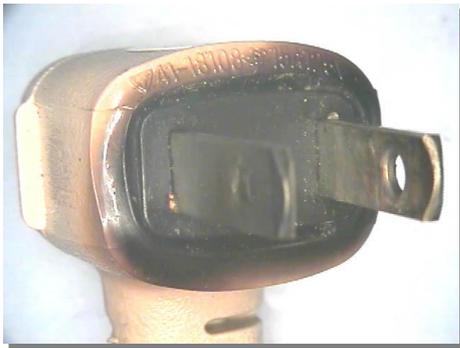


写真18

接続負荷:エアコン

使用年数:6年

最大消費電力:最大1090W

絶縁抵抗: $4.5 \times 10^2 \text{M}\Omega$

二重絶縁のプラグ。栓刃間で炭化、発熱した形跡はない



写真19

写真15のプラグの内部。

内部では導体に沿って樹脂の炭化が生じており、これが原因で絶縁抵抗が低下していたものと思われる。

(4) テスト結果～その2((3)のテストで絞り込んだサンプルに対するテスト)

非破壊試験で絞り込んだ36点について通電温度上昇試験及び接触抵抗測定を行った結果、最高到達温度が 150°C を超えたものが14件あり、この他に 100°C を超えたものが10点あった。

No.1のサンプルでは通電開始から約16分で 299°C に達したため試験を中止した。以下、No.2が14分、No.3が36分、No.4が20分で表に示した温度に達し、試験を中止した。

この結果は、コードの定格電流を負荷したときの結果であり、例えば器具付きコードを想定すると、実験条件はかなり厳しいものと言える。しかしながら、コンセントで異常が生じていた場合を想定して、最大15Aの電流負荷が想定できるケースでは、「状態によっては極端な発熱を生じることがある」ということになる。

コンセントとプラグを接触抵抗で比較すると、コンセントで接触抵抗が大きくなっているものが多くみられた。保持力や接触抵抗の値と温度上昇測定結果の関係は必ずしも明らかではないが、おそらくはわずかなプラグの姿勢、栓刃と刃受けの接触状態によって急激に温度上昇を生じたりすることがあるのではないかと考えられた。

なお、表中の温度上昇の値には室温が含まれる。

表5 テスト結果～その2 選別後サンプルの個別試験結果

No.	絶縁抵抗(MΩ)		保持力 (N)	接触抵抗(mΩ)			コード 定格(A)	温度上昇 (°C)	使用 年数
	コンセント	プラグ		プラグ	コンセント	プラグ			
1	10 ⁶ 台	10 ² 台	3.0	479.3	283.5	7.5	15	299	20
2	10 ⁷ 台	10 ⁵ 台	20.4	484.0	89.6	8.0	15	268	30
3	10 ⁷ 台	10 ⁶ 台	31.9	511.1	507.0	1.2	15	259	25
4	10 ⁷ 台	10 ¹ 台	22.9	647.0	222.3	0.8	15	255	3
5	10 ⁶ 台	-	10.3	-	342.2	-	-	219	20
6	10 ⁶ 台	10 ⁶ 台	18.8	195.2	220.3	54.8	15	211	20
7	10 ² 台	-	8.4	-	476.4	-	-	208	不明
8	10 ⁶ 台	-	23.7	-	186.3	-	-	208	20
9	10 ⁷ 台	-	15.2	-	600.1	-	-	206	20
10	10 ⁴ 台	10 ³ 台	2.4	2500.0	143.5	5.7	12	190	20
11	10 ⁶ 台	10 ⁶ 台	10.4	392.4	154.4	166.2	15	185	30
12	10 ⁷ 台	10 ⁶ 台	1.9	772.1	589.6	2.7	12	177	不明
13	10 ⁴ 台	10 ⁵ 台	2.4	116.0	149.0	67.4	15	173	7
14	10 ⁶ 台	10 ⁵ 台	20.1	557.6	472.1	1.2	-	171	12

6 まとめ

当該調査をとおしてわかったことをまとめると、以下のとおりとなる。

- ・プラグの出火原因としてしばしば取り上げられるトラッキング(表面トラッキング)を生じているサンプルは無かった
- ・コンセント側で刃受けの保持力が低下しているサンプルや、背面の電線接続部での異常を生じているものもあり、実際の火災原因調査ではプラグのみならず、コンセントでの出火原因、発熱要因も含めて検討する必要がある
- ・今回のサンプル収集が、使用者の問診の下で行われていることを考えると、使用者が外観の変化や使用時の異臭などを知りつつ使用を継続していたことになる。

1点目については、本調査でお手本とした文献⁶⁾にも同様の記述が見られ、火災原因調査において、あまりに当該要因のみを注視することへの警鐘としたい。

これらのうち、特に2点目については、「器具が壊れると交換されるプラグ」に対して、家屋の建て替えがなければ通常は交換されないコンセントに、より注目すべきであることを示している。3点目も踏まえて、注意喚起の重要性を示していると考えらる。

7 謝 辞

職業能力開発総合大学校電気工学科の中野弘伸博士には、技術面においてご指導・ご助言を戴き、ここに感謝の意を表します。松下電工(株)の中野毅氏及び東芝ライテック(株)の福田和典氏には貴重なご意見ご協力に心より感謝申し上げます。(財)関東電気保安協会の原澤寛治氏ほか各氏には、不具合サンプルの収集に関し多大なご協力をいただきました。ここに感謝の意を表します。(株)仲野電機製作所の藤田亀義、洞澤昇作の両氏には、不具合条件試料の作製に快くご協力いただきましたこと厚くお礼申し上げます。

参考文献

- 1)日本火災学会編:火災便覧, 日本火災学会, 1997
- 2)堀田:亜酸化銅増殖発熱現象について, 火災24-1, 1974
- 3)伊佐:亜酸化銅による発熱現象について, 火災24-4, 1974
- 4)李ら:放熱不良に起因する電線被覆の熱劣化による短絡のメカニズムに関する研究, 日本火災学会論文集, Vol.51, No.2, 2001
- 5)長谷川ら:発火原因究明におけるプラグ刃表面傷に関する考察, 平成14年度日本火災学会研究発表会, 予稿集
- 6)電源コード等の防火対策調査研究委員会:電源コード等の防火対策調査研究, 社団法人 電気設備学会, 1996

技術資料2 コネクタの発熱要因推定手法

目次

	ページ
1. 本法の概要.....	1
2. 発熱要因推定.....	2
2.1 かしめ高さの計測.....	2
2.2 かしめ内部心線有無.....	3
2.3 かしめ内部樹脂残存.....	3
2.4 スパーク痕位置.....	4
2.5 結合部高さの計測.....	4
3. 謝辞.....	5
参考文献.....	5
コネクタの発火事故要因図.....	6

技術資料2 コネクタの発熱要因推定手法

本手法は、火災現場から回収された家電製品のコネクタの痕跡を解析し、事故品が発熱～発火^{注1)}に至った現象の発熱要因を推定する手法である^{注2)}。

注1)発火の便宜的呼称

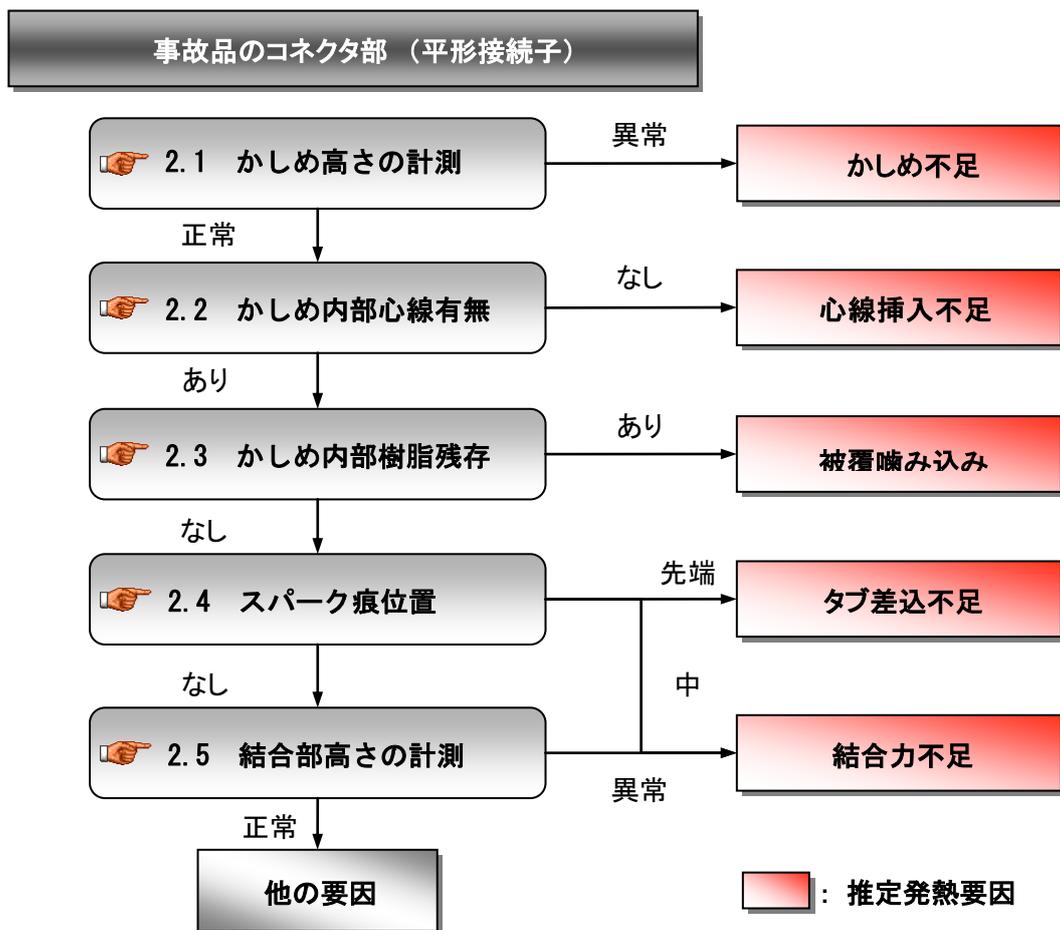
発火とは、種火がないときの着火(自然発火ともいう)と通常定義される。着火には種火があるときの着火(引火ともいう)もある¹⁾。本章で発火と呼称しているのは用語的には後者の着火と考えることができるが、本章ではこの後者の着火を、便宜的に火を発する現象という意味で、広義に発火と呼称することとする。

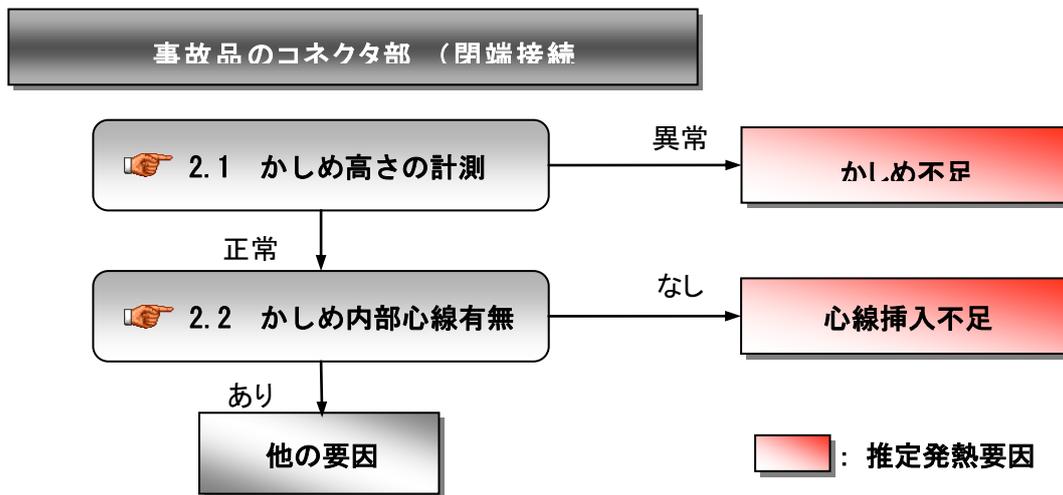
注2)適用範囲

発熱要因推定手法は平形接続子及び閉端接続子を適用対象とする。

1 本法の概要

本手法は、発火再現実験で取得したデータに基づいて^{注3)}、その発火後の試料に認められた特徴的な痕跡のうち、与えた発熱要因特有の痕跡を整理したもので、次に示すフロー図に沿って事故品から回収したコネクタについて、2.1から2.5項に示す計測や観察を行うことによって、発熱要因を推定するための一手法である。





注3) 発火再現実験

発火再現実験に際しては、山田浩氏(当時三洋電機空調株式会社品質生産性本部第二品質保証部 CS 推進担当部長)の協力の下、巻末のとおり「コネクタの発火事故要因図」を作成し、このなかから主要と思われる要因について実験を行った。平形接続子(適合電線 0.75~2.27 mm²)または閉端接続子(JIS C 2807-CE5)に単心ポリ塩化ビニルリード線(平形接続子は JIS C 3306-VSF1.25 mm², 閉端接続子は同 0.5, 1.25 mm²の組合せ)を接続した試料を用い、発熱を加速させるため保温ケースで試料全体を覆った状態で、45minON/15minOFFの断続通電(JIS C 2809 準拠)を、接続リード線定格の約 2 倍のR負荷電流を通じ短絡発火に至るまで繰り返した。この間、回路電流(I)及び試料両端電圧(V)を 15 分間隔でデータ取り込みするとともに、不具合部近傍に保持したCA熱電対で温度推移を記録した。ただし、試料に与えた不具合条件は、平形接続子(かしめ不足4水準, 心線挿入不足1水準, 被覆噛み1水準, メールタブ差込不足1水準, 結合力不足4水準), 閉端接続子(かしめ不足4水準, 心線挿入不足1水準)とした。

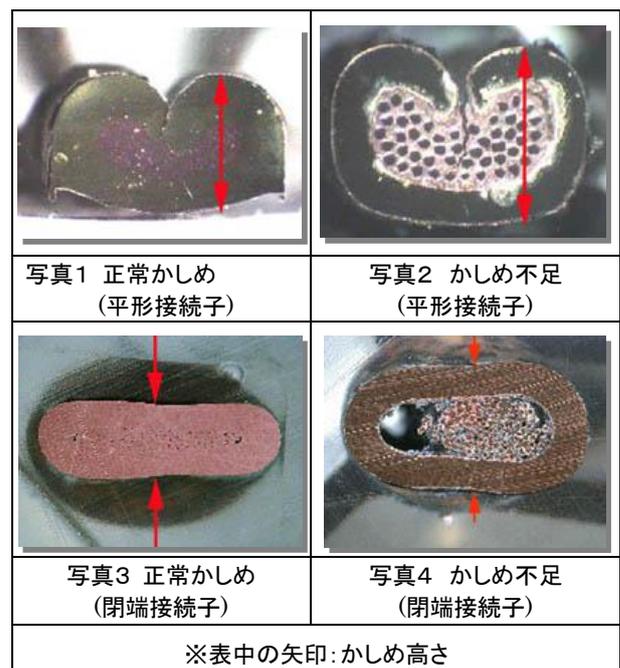
2 発熱要因推定

以降、先のフローで示した個々の観察観点について述べる。

2.1 かしめ高さの計測

平形接続子, 閉端接続子ともに端子とリード線を機械的にかしめて接続している。発火再現実験試料はこのかしめ強さを不正常に設定して試料としたものであるが、発火後の試料でも写真2, 4に示すかしめ部中央の切断面を研磨した写真から、画像解析ソフトなどを用いてかしめ程度を計測することができた。また、火災を想定し800°Cの電気炉中で10分以上加熱^{注4)}してもかしめ高さや断面積が変化しないことが確認された。

このことから、事故品のかしめ高さや断面積を計測し同等品の正常値と比較することによって、かしめ不足が発火要因の一つであるとの推定ができると考えられる。

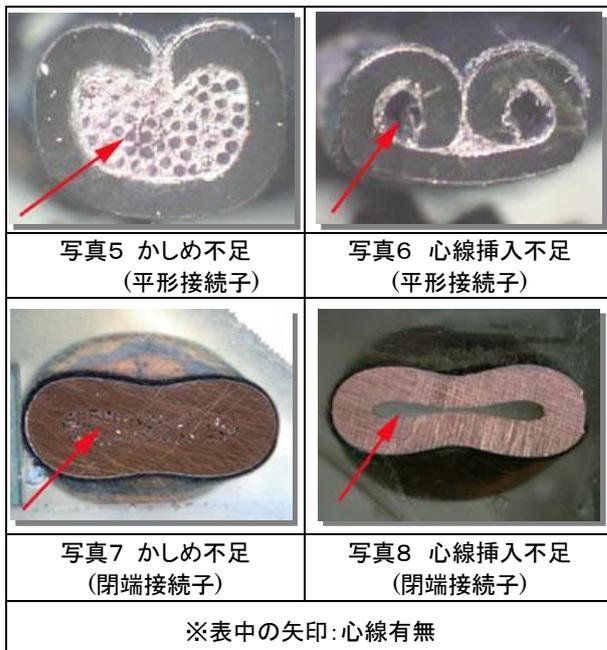


注4)火災実験にみられる火災温度・時間:火災時の被熱時間を各種工法住宅の火災実験における温度変化¹⁾からみると、軽量PC住宅(床上180cm)で800~900℃の継続時間約10分、在来木造住宅(床上60cm)で700~800℃の継続時間約10分、2”×4”一般形住宅(床上180cm)で800~1000℃の継続時間約5分、2”×4”公住形住宅(天井面下60cm)で700~800℃の継続時間約7分などである。

2.2 かしめ内部心線有無

心線挿入不足とは、被覆を剥いた心線が端子かしめ部の正常挿入位置まで挿入されていない状態のものである。発火再現実験で発火したかしめ不足試料を、前項2.1同様に火災を想定し800℃の電気炉中で10分以上加熱^{注4)}したところ、写真5及び7に示すとおりかしめ内部の心線は残存した。実際の火災事故では脆化した心線が何らかの応力で脱落するケースも想定される。しかし、電気炉加熱試料の脆化心線に力を加えても脆化心線はかしめ部入り口で脱落するものの、かしめ内部の心線は保持されたまま残存した。ただし、閉端接続子は、リード線を押さえているかしめ部入り口のツメ(インシュレーションバレル)がないため前項2.1の写真4のようなかしめ不足レベルになると、脆化心線に力を加えれば心線は脱落するが、この場合には断面積からかしめ不足が主要因と推定できる。

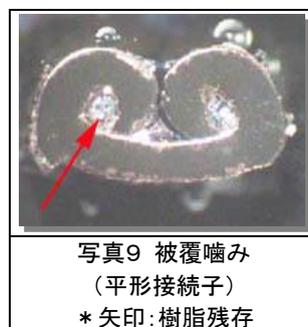
このことから、かしめ内部を調べ写真6及び8に示すように心線が入っていない場合には、心線挿入不足が発火要因の一つであるとの推定ができると考えられる。



2.3 かしめ内部樹脂残存

被覆噛み込みとは、リード線の絶縁被覆の被覆剥き長さの不足から、本来ならば心線だけを挿入すべきかしめ部に、被覆も一緒に挿入してかしめられたものである。写真9に示すかしめ内部の樹脂残存は、発火再現実験において他の不具合試料には認められなかったもので、また、火災を想定し800℃の電気炉中で10分以上加熱^{注4)}しても残存樹脂が焼失せず炭素化物として残ることが確認された。

このことから、かしめ内部を調べ写真9に示すように樹脂炭素化物が残存している場合には、被覆噛み込みが発火要因の一つであるとの推定ができると考えられる。



2.4 スパーク痕位置

タブ差込不足とは、メールタブ(凸端子)が平形接続子(凹端子)の正常差込位置まで差し込まれていない状態のものである。また、結合力不足とは、メールタブを差し込む平形接続子側のタブを押さえ付けるバネ力が弱い状態のものである。発火再現実験において両者の発火後試料のメールタブ表面には、写真10及び11に示すスパーク痕が観察された。写真10はタブ差込不足で、写真11は結合力不足である。写真に示すようなスパーク痕は他の不具合試料には認められなかったもので、こうしたスパーク痕が観察された場合には、タブ差込不足または結合力不足が発火要因の一つであるとの推定ができると考えられる。



左:写真 10 タブ差込不足(タブ表面)

右:写真 11 結合力不足(")

※丸囲み:スパーク痕

2.5 結合部高さの計測

結合力不足とは、メールタブ(凸端子)を差し込む平形接続子(凹端子)側のタブを押さえ付けるバネ力が弱い状態のものである。メールタブを平形接続子に正常に挿入した試料、タブ差込不足試料、タブ非挿入試料の3種類の結合部長手方向の中心高さを計測し各々比較した。その結果、差込不足試料は、写真13に示す非挿入時寸法と同寸法であり、写真12の正常挿入時寸法とは異なることが確認された。また、各試料とも火災を想定した800℃の電気炉中で10分以上加熱^{注4)}しても寸法変化しないことが確認された。



左:写真 12 正常挿入時寸法(平形接続子)

右:写真 13 非挿入時寸法(")

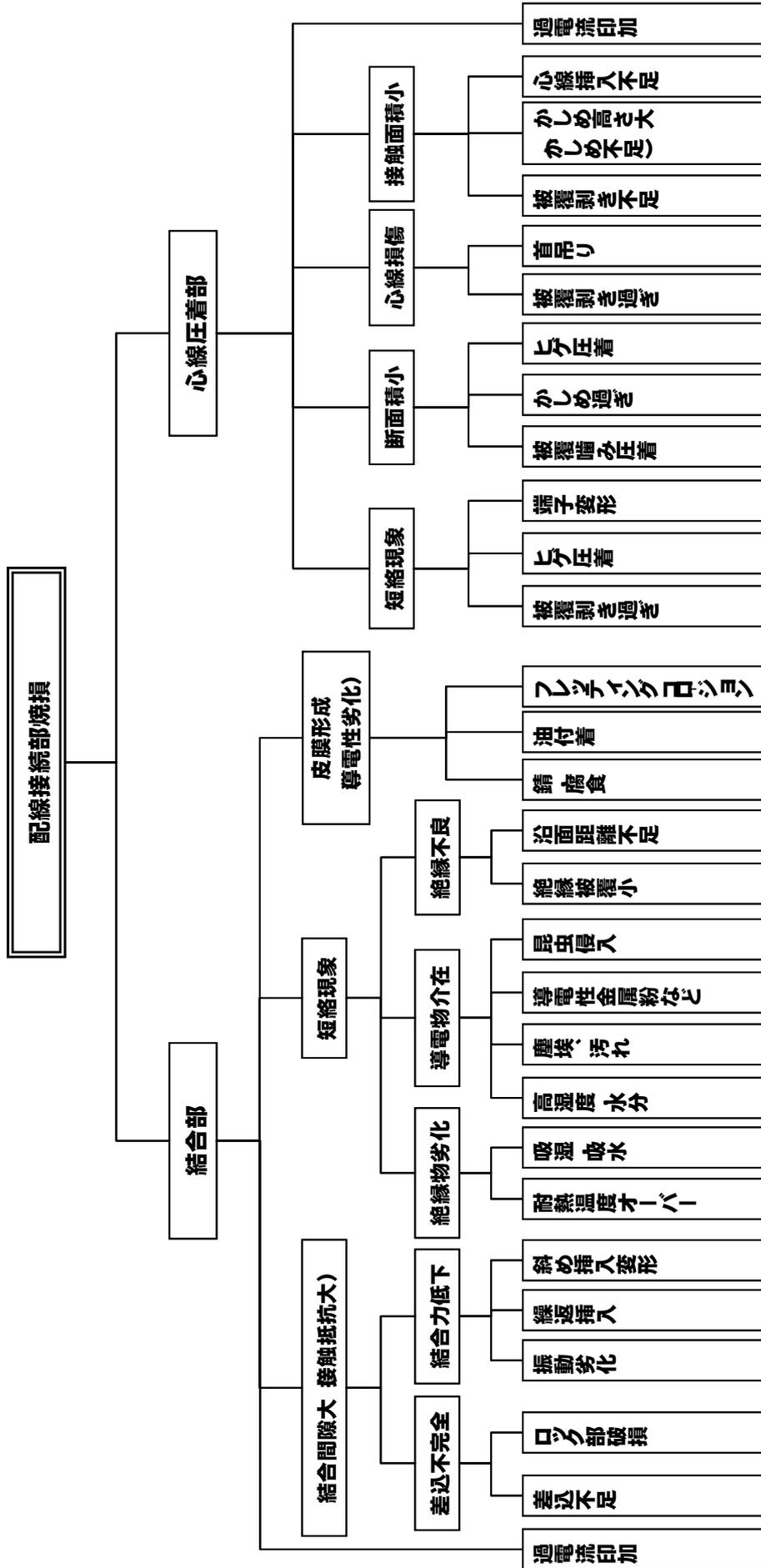
このことから、結合部高さを計測し同等品のタブ非挿入時寸法と比較することで、タブ差込不足が発火要因の一つであるとの推定ができると考えられる。

3 謝 辞

本法の検討に際して技術面での確なご指導を戴きました職業能力開発総合大学校電気工学科中野弘伸教授，国立久留米工業高等専門学校電気電子工学科青山洋一教授，三洋電機空調株式会社品質生産性本部第二品質保証部CS推進担当部長山田浩氏に心より深謝申し上げます。また，不具合条件を与えたコネクタ試料の作製に際し，技術的見知からのご意見を戴いたうえ快くその作製に協力いただきました富田電機株式会社の川本慶子，森村悦夫，金子健一，大山茂明の各氏にここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1)日本火災学会編：火災便覧，日本火災学会，1997
- 2)堀田：亜酸化銅増殖発熱現象について，火災24-1，1974
- 3)伊佐：亜酸化銅による発熱現象について，火災24-4，1974
- 4)李ら：放熱不良に起因する電線被覆の熱劣化による短絡のメカニズムに関する研究，日本火災学会論文集，Vol.51，No.2，2001



コネクタの発火事故要因図

技術資料3 火災後の塗装鋼板に残存する痕跡の識別 (塗装鋼板に残存する被熱痕跡の識別による内外火判定手法に関する解析調査)

目 次

	ページ
1. 火災後の事故品に残存する痕跡	1
2. 調査内容及び結果	1
2.1 調査に用いた鋼板	1
2.2 被熱痕サンプルの作製及び解析	2
(1) 実験方法	2
(2) 実験結果	3
2.3 再加熱による痕跡の残存性確認	8
2.4 実証実験による有効性の検証	9
3. まとめ	10
4. 謝 辞	11
参考文献	11

技術資料3 火災後の塗装鋼板に残存する痕跡の識別 (塗装鋼板に残存する被熱痕跡の識別による内外火判定手法に関する解析調査)

家電製品等が絡む火災事故の原因究明は、火災後の残存物の状態等により内外火判定^{注1)}が試みられているが、多くが焼失してしまい困難を極める場合が少なくない。こうした中において、製品の外郭等に用いられる鋼板は火災後も残存することから、鋼板上に残存する痕跡と被熱履歴との関係が判別できれば、原因究明に役立つことが考えられる。そこで、製品外郭に比較的大きな鋼板が使用されている洗濯機及びエアコン室外機に用いられる鋼板を試料とし、残存する痕跡データを整理解析し、内外火判定にとって必要なデータとなるか否かについて調査検討した。

注1) 内外火判定: 家電製品等における発火燃焼事故原因の究明においては、製品内部から出火した「内火」(「内部からの出火」の意味で製品の不具合が原因で出火することを内火と呼ぶ)か、外部出火による火炎によって焼損した「外火」(「製品外からの火炎による焼損」の意味で外火と呼ぶ)かの識別することを「内外火判定」と呼ぶこととした。

ただし、例えば天板が樹脂製の洗濯機のような製品で、仮に外火が天板に着火した場合には、着火した樹脂が製品内に落下し、あたかも製品内部から燃え広がったような痕跡を生じることが考えられるため、実際の火災事故の原因究明に当たっては、製品全体の燃焼状態を考慮することが不可欠である。

1 火災後の事故品に残存する痕跡

鋼板が使用されている家電製品等の火災事故にあつては、火災後の残存鋼板上に特徴的な痕跡がみられる。写真1は、洗濯機の事故品の外面に残存した痕跡で、写真2は、家庭用精米器の事故品の外面に残存した痕跡である。このほかに蛍光灯の笠や店先のシャッターなどにも同様な痕跡が散見されている。



写真1 洗濯機の事故品に生じた痕跡



写真2 精米器の外郭鋼板に生じた痕跡

2 調査内容及び結果

2.1 調査に用いた鋼板

今回の調査において対象とした製品は、洗濯機及びエアコン室外機である。

調査の結果、これら製品にあつては、めっき膜厚、塗装膜厚、塗料の種類といった細かな仕様

については様々な鋼板が用いられていたが、ほとんどの場合で亜鉛めっき鋼板が使用されており、塗装が行われる段階については、塗装済み鋼板を購入後成型するプレコート鋼板と成型後塗装を施すポストコート鋼板に大別された。

表1 実験に用いた鋼板試料

試料		A		B		C	
構造	項目	外面	内面	外面	内面	外面	内面
地鉄	種類	冷間圧延鋼板					
	厚さ(mm)	0.5		0.8		0.6	
めっき	種類	溶融亜鉛(クロメート処理)					
	厚さ(μm)	6.5	6.5	8.5	8.5	8.5	8.5
塗装	塗料	ポリエステル					
	厚さ(μm)	2層	1層	2層	2層	2層	1層
	用途	洗濯機		エアコン室外機		洗濯機	

予備加熱実験の結果、ポストコート鋼板においては特徴的な痕跡は認められなかったものの、プレコート鋼板ではバーナからの熱を受け数分程度で事故品と同様な痕跡が生じた。このことから、事故品に生じている痕跡は、火災時の火炎等からの被熱により生じた被熱痕跡であることが確認できた。そこで、今回の実験においては、表1に示すプレコート鋼板3試料を代表試料として選定し実験に用いることとした。

2.2 被熱痕サンプルの作製及び解析

(1) 実験方法

実験は、内火を想定した実験(内火想定実験^{注2)})及び外火を想定した実験(外火想定実験^{注3)})の2通りの方法により実施した。

鋼板試料の加熱方法は、図1に示すとおりであり、熱(炎)に直接曝される面を「加熱面」、直接曝されない面を「非加熱面」とする。

実験装置は、写真1に示す放射パネル加熱装置を用い、放射熱、予混炎^{注4)}、拡散炎^{注5)}の3種類の熱源によることとした。試料鋼板のサイズは、300mm×300mm。

放射熱及び予混炎による加熱についてはバーナ面からの距離(熱エネルギー)の水準を25~100mmの間で4水準とし、拡散炎については100mmの1水準とした。

加熱時間については、予備実験の結果から5分間とした。グラフ1に熱源からの距離と熱流束(熱の強さ)の関係を示す。

注2)内火想定実験:家電製品等が製品化された際に内側となる面(以下、内面という)を加熱する実験

注3)外火想定実験:家電製品等が製品化された際に外側となる面(以下、外面という)を加熱する実験

注4)予混炎:酸素を予め混合した燃料ガスをバーナから放出し燃焼させた炎

注5)拡散炎:バーナから放出した燃料ガスに周囲の酸素が加わり燃焼する炎。火災時の火炎は、可燃性ガスが拡散し、空気と接触して燃焼するということから拡散炎となる。

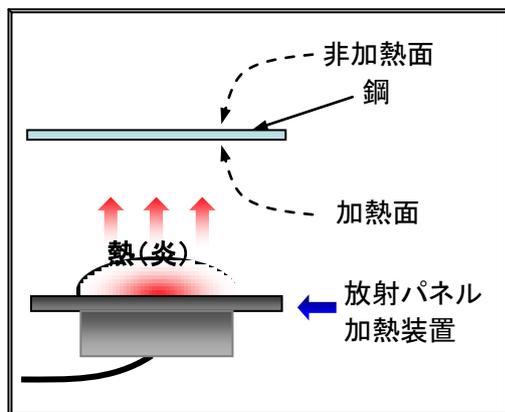


図1 鋼板加熱の実験図

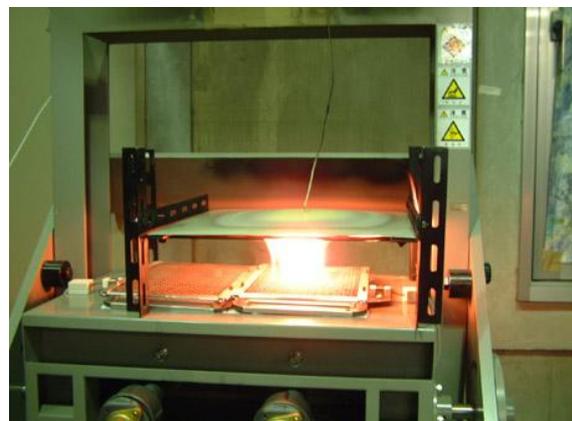
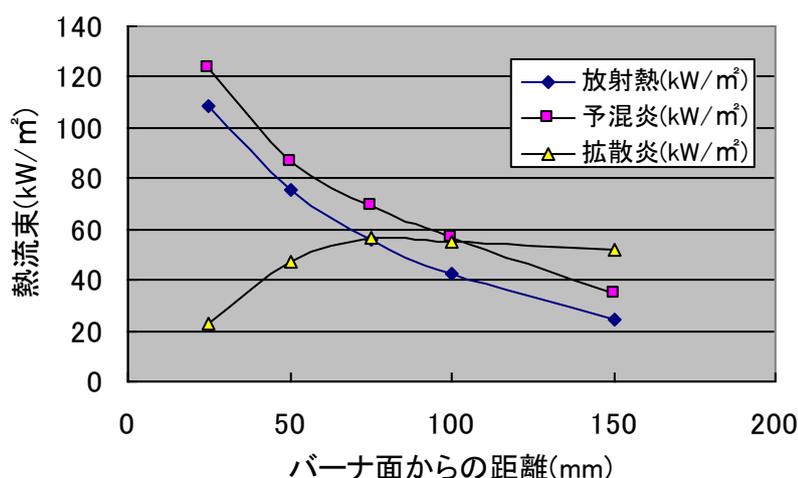


写真3 放射パネル加熱装置(予混炎加熱実験時)



グラフ1 各熱源による距離別の熱流束

(2)実験結果

内火想定実験及び外火想定実験により生じた被熱痕跡の特徴的な結果を鋼板の外面及び内面毎に整理し、さらに被熱痕跡の違いによる内外火識別の可否についての結果を併せて表2及び表3に示す。

また、表4及び表5には、実験の結果得られた被熱痕跡写真の一部(放射熱及び予混炎加熱については、バーナ面から25mm、拡散炎加熱については、バーナ面から100mmでの実験結果)について掲載する。

実験結果の詳細は表2及び表3のとおりであるが、結果を概括すると、

- ① 放射熱による加熱では、試料A, B, Cいずれにあっても加熱面、非加熱面に現れる痕跡に明確な違いは認められなかった。このことからすると、火炎が接しない加熱である場合には、識別が困難となる可能性があると考えられる。
- ② 予混炎による加熱では、試料Aにあつては外面及び内面において、試料Bにあつては内面において、加熱面と非加熱面に現れる痕跡に「亀裂線の滑らかさ」又は「亀裂痕の有無」による違いが認められた。
- ③ 拡散炎による加熱では、試料Cにおいて加熱面、非加熱面に現れる痕跡に「塗装の剥離」による違いが認められた。

以上のように、加熱面、非加熱面に現れる痕跡は、火炎が直接当たった場合と当たらなかった場合で異なる傾向となり、内外火判定にとって有用なデータが得られた。

表2 鋼板外面に生じた被熱痕跡の特徴と加熱・非加熱面識別の可否

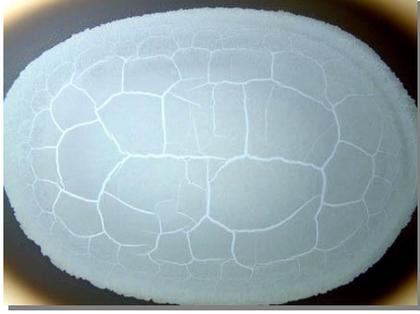
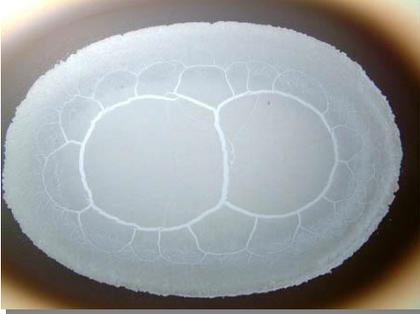
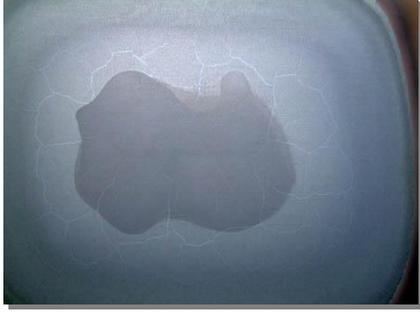
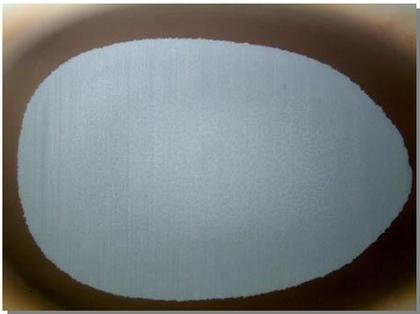
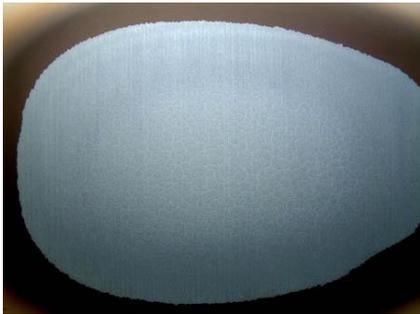
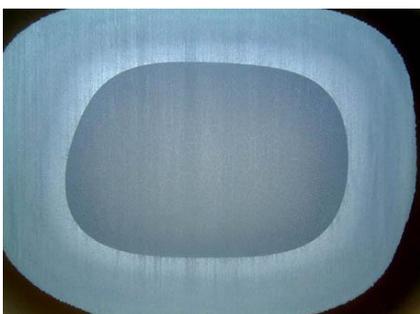
鋼板試料	熱源の種類	鋼板外面に生じた被熱痕跡(主な痕跡)		外面痕跡による加熱面と非加熱面の痕跡識別の可否
		加熱面の痕跡:外火想定実験 (熱源に直接曝された場合)	非加熱面の痕跡:内火想定実験 (熱源に直接曝されない場合)	
試料A	放射熱	<ul style="list-style-type: none"> ・ 滑らかな亀裂 ・ 丸形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 滑らかな亀裂 ・ 角形で網状 	×
	予混炎	<ul style="list-style-type: none"> ・ 連続でギザギザな亀裂 ・ 亀裂幅狭い ・ 丸形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 連続で滑らかな亀裂 ・ 角形で網状 	○

	拡散炎	<ul style="list-style-type: none"> 連続でギザギザな亀裂 亀裂は少ない 	<ul style="list-style-type: none"> 連続で滑らかな亀裂 角形で網状 	○
試料B	放射熱	<ul style="list-style-type: none"> 滑らかな亀裂 丸形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 滑らかな亀裂 丸形で網状 	×
	予混炎	<ul style="list-style-type: none"> 不明確な亀裂痕跡 角形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 不明確な亀裂痕跡 角形で網状 	×
	拡散炎	<ul style="list-style-type: none"> 亀裂痕跡は生じない 	<ul style="list-style-type: none"> 滑らかな亀裂 丸形で網状 	○
試料C	放射熱	<ul style="list-style-type: none"> 不連続で滑らかな亀裂 角形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 不連続で滑らかな亀裂 角形で網状 	×
	予混炎	<ul style="list-style-type: none"> 連続でギザギザな放射状の亀裂 	<ul style="list-style-type: none"> 連続でギザギザな放射状の亀裂 	×
	拡散炎	<ul style="list-style-type: none"> 不連続でギザギザな亀裂 塗装の剥離なし 角形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 不連続でギザギザな亀裂 塗装は剥離 角形で網状 	○
注) ○:違い有り △:明確な差はないが, 識別の可能性有り ×:明確な差なし				

表3 鋼板内面に生じた被熱痕跡の特徴と加熱・非加熱面識別の可否

鋼板試料	熱源の種類	鋼板内面に生じた被熱痕跡(主な痕跡)		内面痕跡による加熱面と非加熱面の痕跡識別の可否
		加熱面の痕跡:内火想定実験(熱源に直接曝された場合)	非加熱面の痕跡:外火想定実験(熱源に直接曝されない場合)	
試料A	放射熱	<ul style="list-style-type: none"> 滑らかな亀裂 角形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 滑らかな亀裂 角形で網状 	×
	予混炎	<ul style="list-style-type: none"> 不連続で滑らかな亀裂 強加熱になると亀裂は少なくなる傾向 角形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 連続で滑らかな亀裂 強加熱になると亀裂は多くなる傾向 角形で網状 	△
	拡散炎	<ul style="list-style-type: none"> 不連続で滑らかな亀裂 亀裂は少ない 角形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 連続で滑らかな亀裂 亀裂は多い 角形で網状 	△
試料B	放射熱	<ul style="list-style-type: none"> 滑らかな亀裂 丸形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 滑らかな亀裂 丸形で網状 	×
	予混炎	<ul style="list-style-type: none"> 亀裂痕跡は生じない 	<ul style="list-style-type: none"> 連続で滑らかな亀裂 丸形で網状 	○
	拡散炎	<ul style="list-style-type: none"> 亀裂痕跡は生じない 	<ul style="list-style-type: none"> 連続で滑らかな亀裂 丸形で網状 	○
試料C	放射熱	<ul style="list-style-type: none"> 滑らかな亀裂 角形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 滑らかな亀裂 角形で網状 	×
	予混炎	<ul style="list-style-type: none"> 連続でギザギザな放射状の亀裂 	<ul style="list-style-type: none"> 連続でギザギザな放射状の亀裂 	×
	拡散炎	<ul style="list-style-type: none"> 連続で滑らかな亀裂 塗装の剥離なし 角形で網状 	<ul style="list-style-type: none"> 連続で滑らかな亀裂 塗装は剥離 角形で網状 	○
注) ○:違い有り △:明確な差はないが, 識別の可能性有り ×:明確な差なし				

表4 鋼板外面に生成された被熱痕跡の写真

鋼板 試料	熱源の 種類	加熱面の痕跡:外火実験 (熱源に直接曝された場合)	非加熱面の痕跡:内火実験 (熱源に直接曝されない場合)
試料A	放射熱		
	予混炎		
	拡散炎		
試料B	放射熱		
	予混炎		

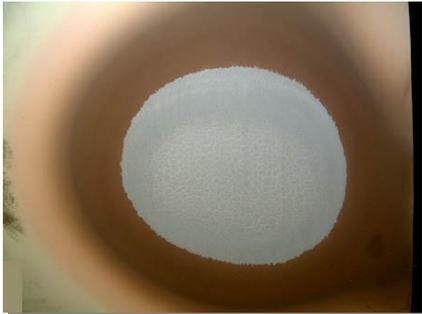
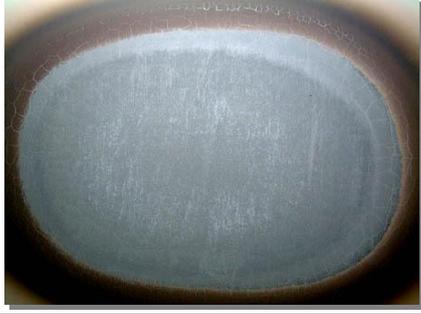
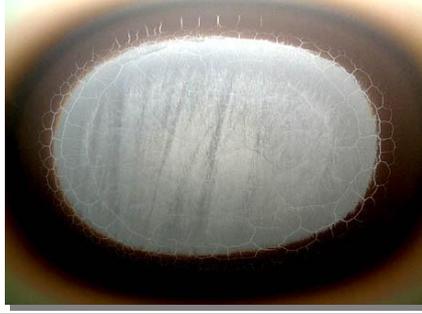
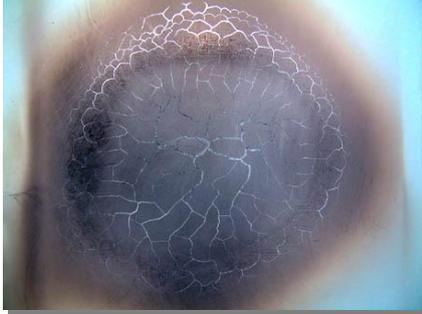
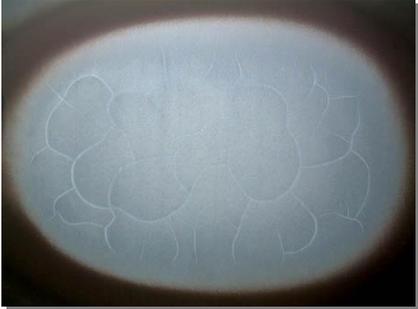
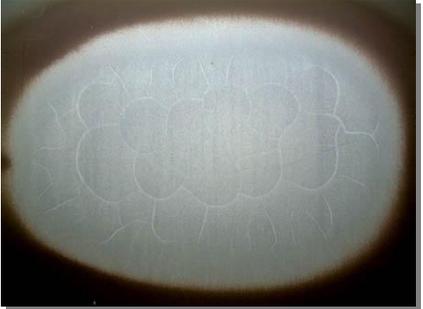
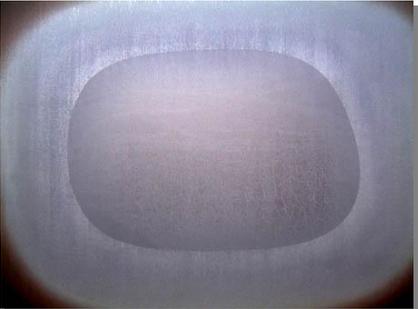
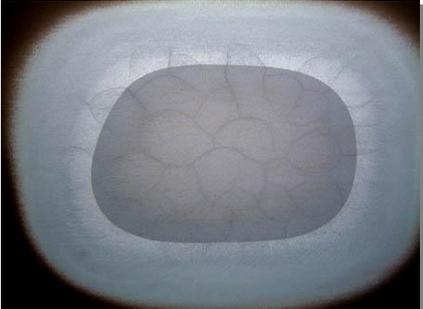
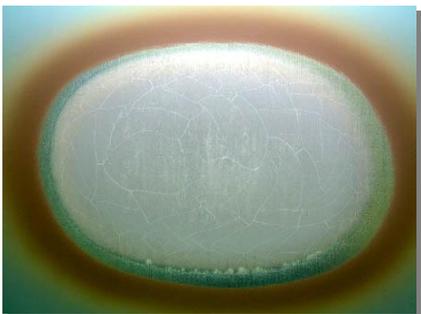
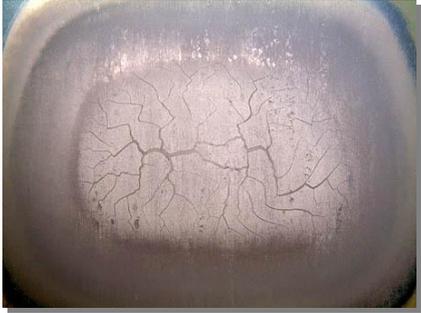
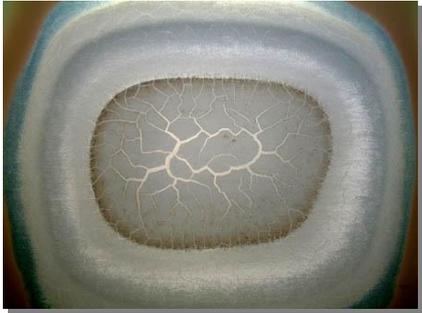
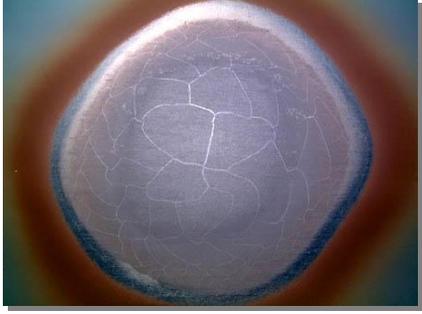
	<p>拡散炎</p> <p>(中央部拡大)</p>  
	 
試料C	<p>放射熱</p>  
	<p>予混炎</p>  
	<p>拡散炎</p>  
<p>注) 被熱痕跡写真は各熱源の内、最も強い被熱時のもの。また、表層に付着した煤や灰化した塗料等は水洗いした。</p>	

表5 鋼板内面に生成された被熱痕跡の写真

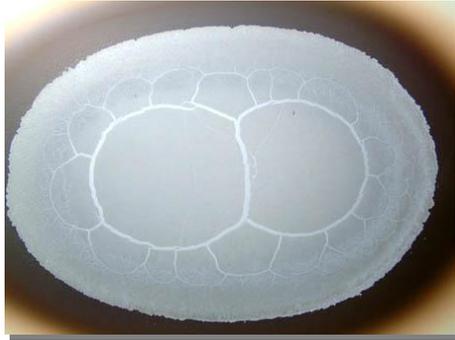
鋼板 試料	熱源の 種類	加熱面の痕跡:内火実験 (熱源に直接曝された場合)	非加熱面の痕跡:外火実験 (熱源に直接曝されない場合)
試料A	放射熱		
	予混炎		
	拡散炎		
試料B	放射熱		
	予混炎		

	拡散炎		
試料C	放射熱		
	予混炎		
	拡散炎		
注) 被熱痕跡写真は各熱源の内、最も強い被熱時のもの。また、表層に付着した煤や灰化した塗料等は水洗いした。			

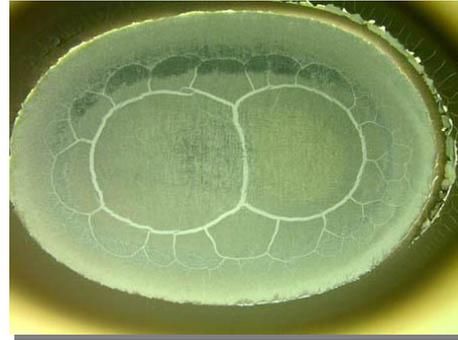
2.3 再加熱による痕跡の残存性確認

初期加熱によって生じた痕跡が火災の拡大に伴う二次加熱によって変化、消失等しないかについて確認するため、2.2の条件で作製した被熱痕跡の試料を、さらに5分間加熱した。

実験の結果、初期加熱によって生じた被熱痕跡は、再加熱によってやや不鮮明となったものの、新たな亀裂の生成や亀裂幅の変化など外観上の変化は生じなかった。このことから実際の事故品に痕跡が観察される場合は、その痕跡は初期の被熱条件を反映したものであり、火災事故における製品の初期被熱の推定が可能となることが考えられる。(写真4参照)。



初期加熱後



再加熱後

写真4 初期被熱と再加熱後における外観変化(試料A)

2.4 実証実験による有効性の検証

前述の放射パネル加熱装置による加熱実験で得られた被熱痕跡が、火炎の規模が拡大しても同様に生じるか、また痕跡観察による内外火判定が有効か否かを確認するため、加熱源と試料の規模をより実際の事故に近づけて実施し、比較検討した。

実験に用いた装置は、写真5に示す大型のガス加熱バーナで拡散炎を熱源とした。鋼板試料は、500mm×500mmとした。加熱は、バーナ面からの距離を120mmとし接炎した。加熱時間については、放射パネル加熱実験と同様5分間とした。

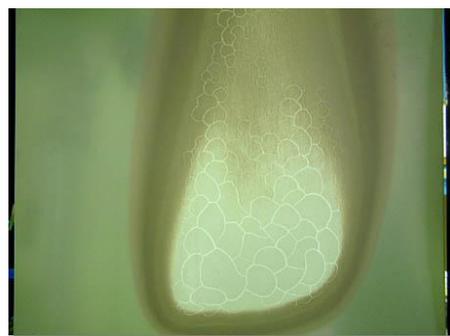


写真5 大型加熱バーナによる実験

実験の結果、放射パネル加熱装置によって作製した被熱痕跡と概ね同様な痕跡が得られた。試料Bについての被熱痕跡の比較を写真6に示す。



放射パネル加熱による痕跡



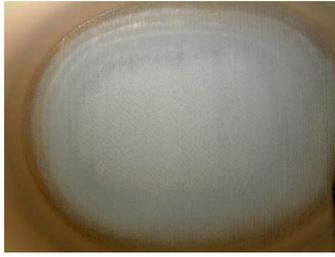
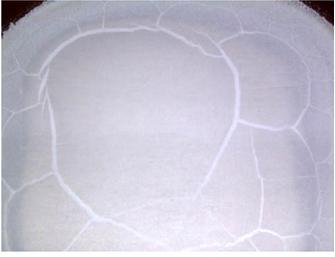
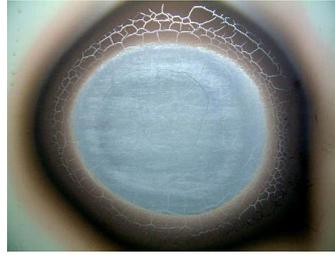
大型加熱バーナによる痕跡

写真6 放射パネル加熱装置と大型加熱バーナにより作製した被熱痕跡(試料B)

3 ま と め

調査の結果、加熱面、非加熱面には、写真7に示すような「亀裂線の滑らかさ」「亀裂痕の有無」「塗装剥離の有無」といった差異の生じることが明らかとなり、また、被熱により一旦生じた痕跡は再加熱によっても変化することがないことも認められ、火災後の鋼板上に残存する被熱痕跡を識別することにより、内外火判定の確度向上に役立つ可能性を見出すことができた。

写真7 識別が可能となった被熱痕跡

	亀裂線の滑らかさ	亀裂痕の有無	塗装剥離の有無
加熱面	ギザギザ	亀裂痕無し	剥離無し
			
非加熱面	滑らか	亀裂痕有り	塗装剥離有り
			

一方で、今回の調査結果から、いくつかの解決すべき課題も明らかとなった。主な課題としては、

- ・ 実際の製品に見られる折り曲げ部における痕跡の現れ方
- ・ 実際の製品に更に近い大きさの試料における痕跡の現れ方
- ・ 実火災を想定した加熱条件や散水による痕跡の変化
- ・ 熱(炎)の当たる方向、熱(炎)の拡大方向についての実験データ取得

等がある。このほか、被熱により亀裂痕跡が生じるメカニズムの解明も必要と考えている。

また、3点の鋼板からそれぞれに特徴的な痕跡が生じたことを考えると、塗料の種類、塗装膜の厚さ、めっきの条件、ひいては鋼板の厚さなどによって痕跡の現れ方が異なることも考えられる。こうした塗装条件の組合せの数は膨大なものになることが予想され、それらを予めひとつひとつデータ取りしていく、というのは現実的ではない。しかしながら、仮に事故品にこうした痕跡が現れているケースがあって、メーカ、型式等から鋼板の仕様が判明した場合は、同等品などを用いて加熱実験を行うことにより、事故時の被熱条件を推定する大きな手掛かりになるもの考える。

今回の結果は、全くの初歩的な域を出ていないが、今後、この結果を踏まえた実験・調査を進めることにより、新たな識別手法の確立につながり、火災事故原因究明のための一助になればと考えている。

4 謝 辞

本調査においてご協力頂きました(財)家電製品協会山口勲氏, 日本建鐵(株)吉井有時氏, シャープ(株)津久井秀一氏, (株)日立製作所鷺見文一氏には深く感謝申し上げます。

参考文献

- ・石原, 加瀬, 齋藤他:めっきの基礎, 槇書店, 1999
- ・橋本 肇:金属の塗装, モダンエンジニアリングライブラリー, 1999
- ・電気鍍金研究会:めっき教本, 日刊工業新聞社, 1998
- ・神戸徳蔵:めっきの評価, 槇書店, 2001
- ・神奈川県メッキ工業組合:めっき基礎読本, 槇書店, 1997
- ・柴田, 今清水:塗装実務読本-第2版-, 日刊工業新聞社, 2000

家電製品等発火解析技術委員会名簿

委員長:乙黒 靖男 群馬大学医学部講師
委員:石黒 開二 (社)日本配線器具工業会専務理事
片岡 茂 国民生活センター商品テスト部調査役
武田 邦彦 芝浦工業大学工学部材料工学科教授
中野 弘伸 厚生労働省職業能力開発総合大学校電気工学科教授
樋村 教章 (財)電気安全環境研究所業務改革室長
舛井 正義 茨城大学工学部電気電子工学科教授
松原 美之 (独)消防研究所研究企画部長
山口 勲 (財)家電製品協会技術部長

発火箇所探索技術作業部会

主査:石黒 開二 (社)日本配線器具工業会専務理事
委員:原澤 寛治 (財)関東電気保安協会調査本部調査部課長
安本 宏巳 東芝ライテック(株)住宅機器開発担当
横山 洋一 松下電工(株)配線器具事業部商品技術部長

発火メカニズム解明技術作業部会

主査:中野 弘伸 厚生労働省職業能力開発総合大学校電気工学科教授
委員:中野 毅 松下電工(株)津工場共通品質評価技術部長
福田 和典 東芝ライテック(株)住宅機器開発担当グループ長

燃焼拡大メカニズム解明技術作業部会

主査:武田 邦彦 芝浦工業大学工学部材料工学科教授
委員:川口 昌治 (財)家電製品協会技術関連委員会委員長
西 秀樹 (社)日本合成樹脂技術協会プラスチック電気用品安全研究会幹事

内外火判定技術作業部会

主査:山口 勲 (財)家電製品協会技術部長
委員:津久井 秀一 シャープ(株)商品信頼性本部安全企画部係長
吉井 有時 日本建鐵(株)ランドリー事業部ランドリー技術部次長

関係者:所村 利男 製品評価技術基盤機構生活・福祉技術センター所長
山本洋二郎 製品評価技術基盤機構生活・福祉技術センター計画課長
堀井 良一 製品評価技術基盤機構生活・福祉技術センター製品安全技術課長
安蔵 邦明 製品評価技術基盤機構生活・福祉技術センター製品安全技術課参事官

事務局:小出 勝規 製品評価技術基盤機構北関東支所燃焼技術課長
長谷川秀夫 製品評価技術基盤機構北関東支所燃焼技術課参事官
並木 英夫 製品評価技術基盤機構北関東支所燃焼技術課主任
香月比呂子 製品評価技術基盤機構北関東支所燃焼技術課主任
今田 修二 製品評価技術基盤機構北関東支所燃焼技術課主任
矢代 勲 製品評価技術基盤機構北関東支所燃焼技術課主任

※各委員及び事務局メンバーの所属、職責などについては、2002年3月当時のものを掲載しています。

家電製品の発火事故原因究明マニュアル2010

2010年3月改訂発行

編集 独立行政法人製品評価技術基盤機構北関東支所
〒376-0042
群馬県桐生市堤町3-7-4
TEL 0277-22-5471
FAX 0277-43-5063

発行 独立行政法人製品評価技術基盤機構
〒151-0066
東京都渋谷区西原2-49-10
TEL 03-3481-1921
FAX 03-3481-1920

無断転載禁止

nite