

RoHS分析方法ガイドライン

Version 3.0

2019年3月

シャープ株式会社

目次

改訂履歴	3
序章	4
1. 目的	4
2. 適用範囲	5
3. 参照規格	5
4. 用語と略語の説明	6
5. 分析データの要件	9
6. 分析データを不要とする場合	9
7. ガイドラインの構成	10
[1] RoHS 分析方法の選定	12
1. RoHS 分析とは	12
2. RoHS 分析の種類	12
3. RoHS 分析の準備	12
4. RoHS 分析	12
5. シャープの独自基準	13
[2] スクリーニング分析	14
1. スクリーニング分析とは	14
2. スクリーニング分析の手法	14
3. スクリーニング分析の手順	17
[3] 精密分析	27
1. 精密分析とは	27
2. 精密分析の手法	27
3. 精密分析の手順	27
4. 精密分析の実施	27
[4] 分析データの取り扱い	42
附属文書 I	43
附属文書 II	44
附属文書 III	46
附属文書 IV	47

改訂履歴

Version	発行	備考
1.1	2006年7月	下記の考えに則り、均質材料毎の分析を基本としたガイドラインを発行。 <ul style="list-style-type: none">英国発行のRoHS Enforcement Guidance Document Version 1欧州委員会発行のFrequently Asked Questions on RoHS & WEEE
1.2	2006年11月	クロメート皮膜から溶出する六価クロムの抽出条件の見直し、及び管理基準への暫定許容値を設定。
2.0	2009年03月	IEC 62321 Ed. 1.0: 2008と整合。
2.1	2010年11月	PBB、PBDEのスクリーニング／定性分析法からFT-IRを削除。
2.2	2012年04月	PBB、PBDEの分析において二次スクリーニング法の追記、及び表記の統一。
3.0	2019年3月	DEHP、DBP、BBP、DIBPのスクリーニング分析法と含有判断基準の追記。 レイアウトと構成の変更。 当ガイドラインのタイトルを変更。 <ul style="list-style-type: none">改定前：「シャープ(株)のRoHS分析方法ガイドライン」改定後：「RoHS分析方法ガイドライン」
		(以下余白)

序章

1. 目的

シャープは製品の環境負荷を低減し、世界各国の化学物質規制に対応するため、お取引先さまのご協力のもと、製品含有化学物質の管理を徹底しています。特にEUのRoHS指令など、製品への含有を禁止、制限する法規制へ対応するため、「グリーン調達ガイドライン」の中で、2003年10月から新規採用部品について仕様書への含有化学物質情報の提供、具体的には「含有化学物質報告書」と「分析データ」の両方の提出をお願いしています。

【エビデンスの提出と保管】

(グリーン調達ガイドライン第7.0版 6.1「環境管理評価」1)「① 化学物質管理」第4項)

シャープからの要求に応じてRoHS指令対象物質非含有のエビデンス(「分析データ」など)を提出している。及びエビデンスの原本を保管管理している。

RoHS指令対象物質非含有のエビデンスとして「分析データ」の添付を基本とします。「分析データ」には、各部品について、測定部位、RoHS対象物質の実測定データ、及び測定機関名の記載が必要です。「分析データ」以外でもシャープ基準値への適合が確認できる客観的資料であればエビデンスとして認めます。

- 第三者分析機関による分析報告書。
- 金属材料の場合、JIS等RoHSに適合する公的規格に適合していればエビデンスとします。
- 複数の均質材料からなる部材・組品等の場合、シャープの事業本部、拠点が認めた場合は、均質材料毎の「分析データ」を一覧にまとめた資料で代用可能です。ただし、元の「分析データ」はシャープの要求に応じて提出できるように管理してください。
- 同一構成材料で作られたことが明確な部材は、部品コードが異なっていたとしてもメーカー毎の代表部材の「分析データ」で代用可能です。
- 「分析データ」は試験日から1年未満のものを提出してください。
- 「分析データ」の保管は、定期的に1年以内の最新版を保管して下さい。

「分析データ」作成の指標としてRoHSの制限物質である6物質「鉛(Pb)、水銀(Hg)、カドミウム(Cd)、六価クロム(CrVI)、ポリプロモビフェニル(PBB)、ポリプロモジフェニルエーテル(PBDE)」の均質材料ごとの分析方法をとりまとめた「シャープ(株)のRoHS分析方法ガイドライン」初版を2006年7月に発行しました。

EU RoHS指令は2015年6月に改定され、2019年7月22日以降、4種のフタル酸エステル「フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)、フタル酸ブチルベンジル(BBP)、フタル酸ジブチル(DBP)、フタル酸ジイソブチル(DIBP)」の使用が制限されます。この改定を受け、今回フタル酸エステルを含めた分析方法の指標としてこの「RoHS分析方法ガイドライン Version 3.0」を発行します。

当ガイドラインはIEC62321「電気電子機器製品内の規制物質の含有量測定手順の国際規格」に準拠していますが、一部「シャープ独自基準」を設けております。「シャープ独自基準」については、[1] 5. シャープ独自基準及び「シャープ独自基準」を表示している項目をご参照ください。

当ガイドラインを御社での分析、第三者機関での分析依頼の際にご活用いただきますようお願いいたします。

2. 適用範囲

(1) 対象となる部品

本ガイドラインの対象となる部材は、次に示すシャープが調達・購入する全ての部材です。

- 1) 直接材： シャープ製品へ組込まれる部品及び原材料
- 2) 完成品： シャープが購入し、お客様へ納入する完成品
- 3) 半完成品： シャープ製品へ組み込まれる半完成品
- 4) 包装材： シャープ製品を梱包する包装材料
- 5) 間接材： 製造工程で使用される薬品・ガス等の補助材料
- 6) その他： 設備及びその消耗部材等

なお、4)の包装材に関しましては、シャープの拠点等で廃棄されることが明らかで、部品、材料に対象物質の移行・混入の恐れが無い包装材は対象外とします。

(2) 対象となる化学物質

本ガイドラインの対象となる化学物質は、下記表で示す、欧州委員会委任指令(EU)2015/863¹が定める10物質(以下RoHS対象物質)とします。以降の説明では、各化学物質は略称で標記します。

表 1 RoHS 対象物質

化学物質名	略称
鉛	Pb
水銀	Hg
カドミウム	Cd
六価クロム	CrVI
ポリブロモビフェニル	PBB
ポリブロモジフェニルエーテル	PBDE
フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)	DEHP
フタル酸ブチルベンジル	BBP
フタル酸ジブチル	DBP
フタル酸ジイソブチル	DIBP

3. 参照規格

本ガイドラインの参照規格はRoHS対象物質の公定分析法 IEC62321²とします。

¹ RoHS 指令(2011/65/EU)の制限物質を定めた Annex II を置き換える指令

² IEC62321 とは電気電子機器製品内の規制物質の含有量測定手順の国際規格。
(Determination of certain substances in electrotechnical products)

4. 用語と略語の説明

本ガイドラインで用いる用語と略語を以下にまとめます。

用語と略語	説明
(EU)2015/863	EU RoHS指令(2011/65/EU) Annex II記載の制限物質を改定する指令 RoHS指令(2011/65/EU)の6種の制限物質Pb、Hg、Cd、CrVI、PBB、PBDEにDEHP、BBP、DBP、DIDPを追加
2011/65/EU	EUのRoHS指令 Directive on the Restriction of the Use of Certain Hazardous Substances in Electrical Equipment 電気・電子機器における特定有害物質の使用制限に関する2011年6月8日付け欧州議会・理事会指令
AAS	原子吸光分析：Atomic Absorption Spectroscopy アセチレン燃焼炎に試料溶液を噴霧し、試料溶液中の原子化した元素が吸収する特定波長の吸光度から元素の種類と量を同定する分析法
AES	原子発光分析：Atomic Emission Spectroscopy 高温のガスやプラズマに試料溶液を噴霧し、試料溶液中の原子化された元素が発光する特定波長の光強度から元素の種類と量を同定する分析法
BFR	臭素系難燃剤：Brominated Flame Retardants 樹脂(ポリマー、高分子)の燃焼を抑制する臭素を分子内に含有する物質
CV-AAS	還元気化原子吸光分析：Cold Vapor-Atomic Absorption Spectroscopy 水銀の分析に用いられる炎を使用しない原子吸光分析法 試料溶液中の水銀イオンを塩化スズで還元した金属水銀の蒸気をAASで同定する分析法
CV-ICP-OES	還元気化ICP発光分析： Cold Vapor-Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy 水銀の分析に用いられる炎を使用しない原子発光分析法 試料溶液中の水銀イオンを塩化スズで還元した金属水銀をICP-OESで同定する分析法
FLAAS	フレームレス原子吸光分析：Flameless Atomic Absorption Spectroscopy 試料溶液をグラファイトセルに入れ、電気的加熱によって原子化した元素の種類と量をAASで同定する分析法
GC-MS	ガスクロマトグラフ質量分析法：Gas Chromatography Mass Spectrometry 「ガスクロマトグラフ(GC)」で分離した物質の種類と量を「質量分析計(MS)」で同定する分析法 GC：ガス化した物質が、物質によって内部に吸着剤を塗布した細管の通過時間が異なる現象を利用して物質を分離する方法及びその装置 MS：GCで分離した物質を原子・分子レベルのイオンに分解し、定量することで物質の種類と量を同定する分析法及びその装置

用語と略語	説明
HPLC-UV	<p>高速液体クロマトグラフ-紫外可視近分光分析法： High Performance Liquid Chromatograph – UV Spectroscopy 「液体クロマトグラフ(LC)」で分離した物質の種類と量を「紫外可視近分光(UV法)」で分析する分析法 LC：溶液中の物質が吸着剤を重点したカラムを通過する時、物質によって通過時間が異なる現象を利用して物質を分離する方法及びその装置 UV：LCで分離した物質が吸収する特定波長の吸光度から物質の種類と量を同定する分析法及びその装置</p>
IAMS	<p>イオン付着質量分析法：Ion attached Mass Spectrometry 樹脂試料の加熱によって揮発分離した物質にリチウムイオンを付着させてイオン化後、質量分析計で物質の種類と量を同定する分析法</p>
ICP	<p>高周波誘導結合プラズマ：Inductively Coupled Plasma 分析試料の元素を励起発光させるエネルギー源として、主にアルゴンガスに高周波電流を印可して生成するプラズマ</p>
ICP-MS	<p>高周波誘導結合プラズマ：Inductively Coupled Plasma - Mass Spectrometry ICPに試料溶液を噴霧してイオン化した元素の種類と量を質量分析計で同定する分析法</p>
ICP-OES	<p>ICP発光分光分析：Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy ICPで生成したアルゴンプラズマに試料溶液を噴霧し、試料溶液中の元素を励起発光させ、元素固有の波長の光強度から元素の種類と量を同定する分析法</p>
IEC62321	<p>電気電子機器製品内の規制物質の含有量測定手順の国際規格 Determination of certain substances in electrotechnical products 製品のRoHS指令適合性を確認するために、試料の調整から分析手順の詳細を定めた整合規格</p>
JIS	<p>日本工業規格：Japan Industry Standard</p>
MS	<p>質量分析：Mass Spectrometry 物質を分子・原子レベルのイオンに分解し、イオンの質量と分布から物質の種類と量を同定する分析法</p>
PWB	<p>回路基板：Printed Wiring Board（別称：Print Circuit Board） 電子部品が実装されている回路基板、または未実装の基板</p>
Pyro-GC-MS	<p>熱分解ガスクロマトグラフ質量分析法： Pyrolysis Gas Chromatography Mass Spectrometry 樹脂試料の加熱によって揮発分離した物質をGCで分離後、MSで物質の種類と量を同定する分析法</p>
UV	<p>紫外可視分光分析：Ultra violet Visible Spectroscopy 物質が吸収する特定波長の吸光度から物質の種類と量を同定する分析法</p>
XRF	<p>蛍光X線分析：X-Ray Fluorescent analysis X線を照射された元素が放出する元素特有の蛍光X線の強度から試料中の元素の種類と濃度を同定する分析法</p>
開放系酸分解	<p>試料(ポリマー・金属)と酸を入れた容器を加熱して試料を溶解する方法</p>

用語と略語	説明
可塑剤	樹脂（ポリマー、高分子）に添加することで樹脂に柔軟性を与える物質
還元気化	試料溶液中の水銀イオンを還元剤(塩化スズ)の添加にて原子化する方法
含有化学物質報告書	調達品の環境負荷物質等の含有状況を報告するシャープ所定の書類 (旧称：環境負荷物質含有状況報告書)
吸光光度分析	溶液中の発色物質濃度と吸光度から対象物質の濃度を分析する方法
均質材料	均質材料：Homogeneous Material 機械的動作によってこれ以上分離できないレベルにまで分離した材料。
グリーン調達 ガイドライン	シャープが資材購入に際しての評価基準を定めたもの
クロメート	亜鉛メッキ鋼材などを六価クロム溶液に浸漬して金属表面を不動態化させ、防錆性能を向上させる処理
サプライチェーン	原材料から製品になるまでの過程に存在する企業 原材料メーカー⇒一次加工メーカー⇒二次加工メーカー⇒部品組立メーカー ⇒モジュール組立メーカー⇒完成品組み立てメーカー⇒販社という過程
ジフェニル カルバジド	六価クロムと540nmの光を吸収する赤紫色の錯体を形成する試薬
スクリーニング	試料を法規制への「含有/ 非含有/ グレーゾーン」に分類する行為 スクリーニングで「含有」か「グレーゾーン」を分類できない「グレーゾーン」判定に対し、追加分析で「含有」/「非含有」/「グレーゾーン」に分類判定することを二次スクリーニングという
精密分析	測定試料の前処理を含め、化学的手法を用いた定量分析
ソックスレー抽出	固体試料から物質を抽出する方法の一つ 固体試料から物質を抽出する溶媒の「加熱気化、冷却凝結、滴下抽出」を閉鎖系で繰り返すことによって溶媒に物質を凝縮する抽出法
薄膜	膜厚が0.1μm未満の膜
バルク	薄膜ではない固体試料全般
分析データ	含有化学物質報告書のRoHS 対象物質非含有の根拠となる書類
マイクロ波加熱分解	テフロン製の密閉容器内に酸と試料(揮発系元素、水銀など)を入れ、マイクロ波で直接加熱して試料を溶解する方法。密閉容器内が高温高圧になるため短時間で溶解する方法

5. 分析データの要件

本ガイドラインでは、「分析データ」の必須条件として下記を定めます。

分析データには下記項目を含めるようにお願いします。

- RoHS対象物質に対してIEC62321に基づいた実測定データであること^{*}
- 第三者分析機関による分析報告書であり、測定機関名が明記されていること
- 分析データの測定日からシャープへの提出日が1年未満であること

※ 当ガイドラインはIEC62321「電気電子機器製品内の規制物質の含有量測定手順の国際規格」に準拠していますが、一部「シャープ独自基準」を設けております。「シャープ独自基準」については、[1] 5. シャープ独自基準及び「シャープ独自基準」を表示している項目をご参照ください。

6. 分析データを不要とする場合

(1) 分析データの代替可能な資料がある場合

分析データ以外に次に定めるRoHS適合（RoHS指令が制限する物質の非含有）を確認できる資料がある場合は、分析データの提出は不要とします。

- 素材メーカーの組成表
- 金属材料においてJIS等RoHSに適合する公的規格を示す資料

(2) 含有の可能性が低い部材

下記に定める部材については、分析データの提出は不要とします。

- シャープの拠点等で廃棄されることが明らかで、部品、材料に対象物質の移行・混入のおそれがない包装材
- 部品の組成上、RoHS対象物質の含有可能性がないことが明らかな部材³

表 2 RoHS 対象物質の含有可能性がないことが明らかな部材

部材	分析不要なRoHS対象物質
金属シール用ガラス	PBB、PBDE、 DEHP、DBP、BBP、DIBP
クロメート処理品 (鋼板・ねじ・ビス・ナット・ワッシャー等)	
無電解ニッケルメッキ	
金属、セラミック部材	

³ 表2に示す部材はPBB、PBDE、DEHP、DBP、BBP、DIBPの含有可能性がないことが明らかです。そのためこれらの物質の分析は原則不要です。ただし、顧客要望に基づいて分析データの提出を依頼する場合があります。なお、表2に示す部材は鉛、水銀、カドミウム、六価クロムを含有する可能性がありますので、これらの分析データの提出は必要です。

7. ガイドラインの構成

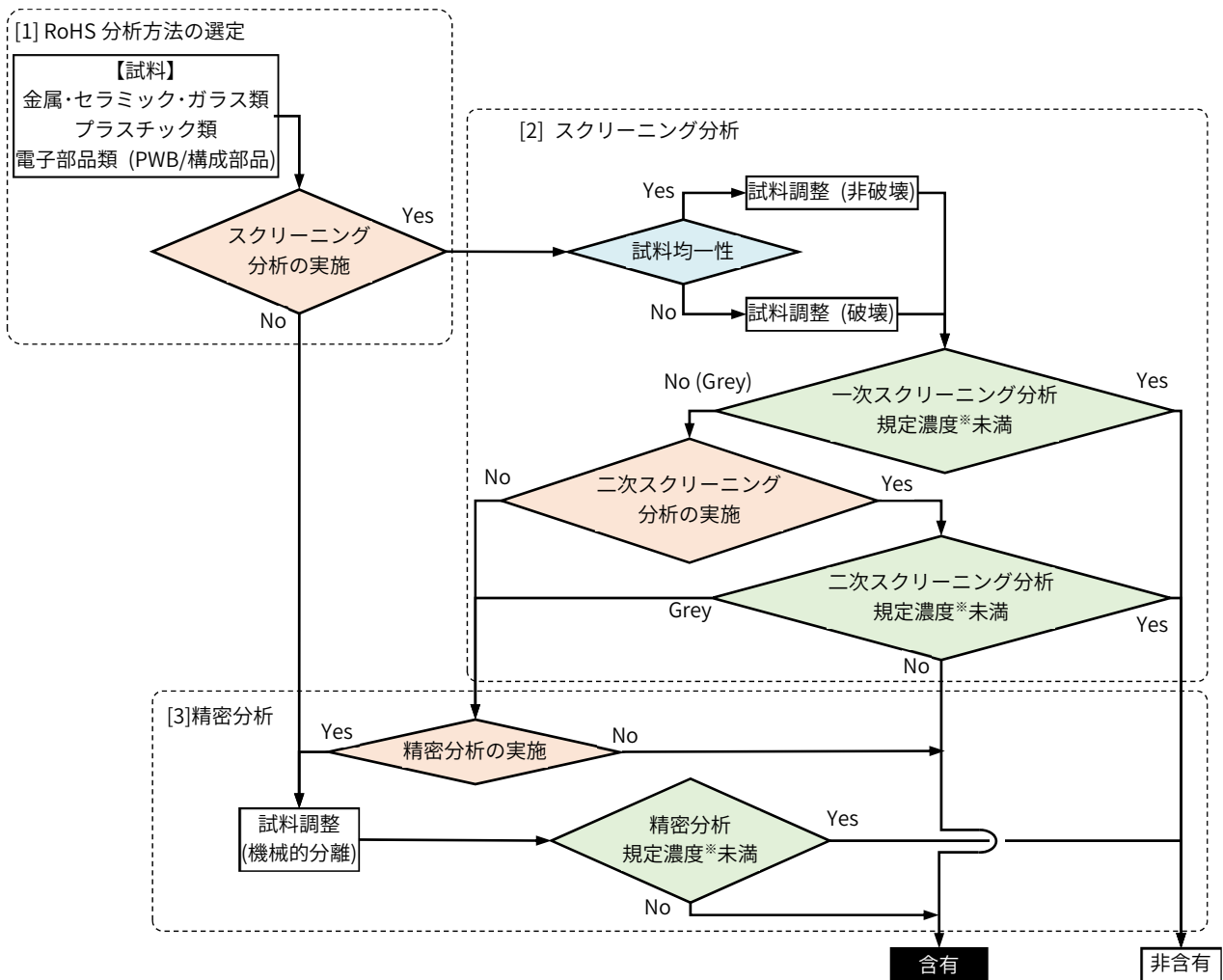
本ガイドラインは以下の構成となっています。RoHS対象物質の含有/非含有の判定は、スクリーニング分析、又は定量分析のいずれかの分析結果を用います。

表 3 ガイドラインの構成

章	項目	ページ
[1]	RoHS分析方法の選定	12
[2]	スクリーニング分析(試料調整・分析・判定)	14
[3]	精密分析(試料調整・分析・判定)	27

(1) 分析の進め方

本ガイドラインの分析は、IEC 62321に基づき、図1「試験方法フローチャート」に示すように「[1] RoHS分析方法の確定」、「[2] スクリーニング分析」、「[3] 精密分析」の要否判断を行って進めます。



※規定濃度：Cd 100ppm、Pb(樹脂) 300ppm、その他1,000ppm。(包装材は重金属合計で100ppm)

図 1 試験方法フローチャート

(2) 部品材料による分類

分析の方法は部品の素材によって異なるため、本ガイドラインではそれぞれに適した分析方法を説明します。特にスクリーニング分析は表4のとおり、材料の分類によって分析方法が異なります。詳しくは「[2] スクリーニング分析」をご参照ください。

表 4 スクリーニング分析の材料分類

分類	例
金属・セラミック・ガラス類	シャーシ、フレームなど
プラスチック類	キャビネット、ケーブル被覆など
電子部品・その他	PWB、IC、LSIなど

(3) RoHS対象物質による分類

精密分析は表5のとおり、分析対象となる化学物質によって分析方法が異なります。詳しくは「[3] 精密分析」をご参照ください。

表 5 RoHS 対象物質と分析方法の分類

対象物質	均質材料	測定用試料の準備・調整	分析方法
Pb、Cd	めっき	試料の表面処理部分のみを選択的に研磨・溶解等を行い均質材料として取り出し、秤量し、試料に応じた酸などで溶解した液を分析します。	AAS(原子吸光分析) AES(原子発光分析)
	はんだ、樹脂、塗料、インク、顔料等	試料を秤量し、試料に応じた酸などで溶解した液を分析します。	
Hg	均質材料全般	試料を秤量し、試料に応じた酸などで溶解した液を分析します。	CV-AAS(還元気化原子吸光分析) CV-ICP-OES(還元気化ICP発光分光分析)
CrVI	金属上のクロメート	クロメート処理された面積を測定した試料を沸騰水(又は温水)抽出した溶液にジフェニルカルバジドを加えて分析します。	ジフェニルカルバジド 吸光光度分析
	樹脂、塗料、インク、顔料、及び電子部品	粉碎後「ふるい(250 μ m)」を透過した試料を秤量後、アルカリ/温水によって抽出した抽出液に中和後ジフェニルカルバジドを加えて分析します。	
PBB、PBDE、DEHP、DBP、BBP、DIBP	樹脂	500 μ m以下に粉碎後、ソックスレー抽出法で抽出した抽出液を分析します。	GC-MS

[1] RoHS分析方法の選定

1. RoHS分析とは

RoHS分析とは、RoHS対象物質が法規制の閾値以上の濃度で含有しているか非含有であるかを、IEC62321に則った分析によって評価・判定することです。

2. RoHS分析の種類

RoHS分析は試料の準備及び分析に化学的手法を用いないスクリーニング分析と、化学的手法を用いる精密分析に分けられます。スクリーニング分析でグレーゾーンと判定された場合は精密分析で評価・判定を行います。

3. RoHS分析の準備

RoHS分析ではスクリーニング分析、精密分析いずれの場合も(1)分解(均質材料化)、(2)試料の調整の準備を行います。

(1) 分解(均質材料化)

製品、製品を構成するユニットやモジュール、構成部品、これらをねじまわし、切断、粉碎、研削、研磨などの機械的動作によって分離不可能な異なる材料「均質材料」にまで分解します。RoHSは均質材料単位での非含有を求めています。なお、化学的手法⁴による分離・分解は要求していません。

(2) 試料の調整

上記(1)で作成した均質材料を分析に適した形状に加工します。

4. RoHS分析

(1) スクリーニング分析

スクリーニング分析は操作が容易な分析法を用います。分析結果の評価・判定は「確実に含有」、「確実に非含有」、判定ができない「グレーゾーン」で区分します。グレーゾーンに該当した場合は後述の精密分析で評価・判定します。

⁴ 酸や溶剤への溶解度の差などを用いる方法

(2) 精密分析

精密分析は、一般に化学的手法を用いたスクリーニング分析よりも高精度な分析法であり、試料準備を含めて専門的な知識と技術・技能が求められます。そのため主にスクリーニング分析で「グレーゾーン」と判定された試料の「含有」、「非含有」の確定に用います。

5. シャープの独自基準

シャープ独自基準

スクリーニング分析、精密分析ともIEC62321に準拠して実施しますが、表6のとおり、シャープの独自基準として下記7項目を定めます。詳細は後述する各ページをご参照下さい。

表 6 シャープ独自基準

項目	シャープ独自基準の概要	関連ページ
(1) めっき膜厚が0.1μm未満かつ表面積が10mm ² 未満の場合	スクリーニング分析が困難のため、精密分析を実施してください	28、33、34
(2) めっき箇所が微小面積かつ超薄膜の場合	試料の直接分析が困難であるため、めっき浴中の対象物質の分析を認めます ⁵	28、35
(3) クロメート分析における判定基準	クロメート膜中のCrVI濃度の判定基準を以下とします <ul style="list-style-type: none"> 沸騰水抽出法：0.10 [μg/cm²]未満 温水抽出法：0.05 [μg/cm²]未満 	28、36
(4) 樹脂中のPbの判定基準	樹脂中のPbの判定基準を300ppmとします。	22
(5) 樹脂中のPBB、PBDEのスクリーニング	以下の分析法による樹脂中のPBB、PBDEのスクリーニング分析を認めます <ul style="list-style-type: none"> 熱分解ガスクロマトグラフ質量分析：Pyro-GC-MS イオン付着質量分析：IAMS 高速液体クロマトグラフ分析：HPLC 	21、25
(6) PBB、PBDEのスクリーニング分析におけるグレーゾーン	樹脂中のPBB、PBDEのスクリーニング分析におけるグレーゾーンを以下とします 500ppm < 分析結果 ≤ 1,500ppm	23、26
(7) 微小な電子部品を粉末状にすりつぶしての分析	均質材料単位で分析することが困難な微小な電子部品は、粉末状にすりつぶしての分析を認めます	24

⁵ クロムメッキやクロメート処理の六価クロムは対象外です。

[2] スクリーニング分析

1. スクリーニング分析とは

スクリーニング分析は操作が容易で判定に要する時間が短い分析法を用います。一般にこのような分析法は精度が低いため、分析結果の評価・判定は「確実に含有」、「確実に非含有」、判定ができない「グレーゾーン」で区分します。グレーゾーンに該当した場合は後述の精密分析で評価・判定します。

2. スクリーニング分析の手法

スクリーニング分析の手法は「元素分析」と「有機分析」に分けられます。「元素分析」とは均質材料中のRoHS対象化学物質の元素を分析する方法で、「有機分析」は均質材料中の有機物質であるRoHS対象化学物質を分析する方法です。

(1) 元素分析

1) 対象物質

元素分析はRoHS対象物質の元素Pb、Cd、Hg、CrVIのクロム、PBBとPBDEの臭素を分析します。

2) 分析方法

分析方法は蛍光X線分析法（X-Ray Fluorescent: XRF）を用います。

XRFは試料中の元素にX線を照射することにより、放出される元素特有のX線（蛍光X線という）強度を基に試料中の元素の濃度を求める分析法です。

分析結果は $N \pm 3\sigma$ [単位：ppm] で得られます⁶。

試料は均質材料を測定⁷し、元素の検出判定は「 $N > 3\sigma$ 」とします。

「 $N < 3\sigma$ 」の時は、 3σ を大きくするため、測定時間の延長⁸、試料サイズの拡大などが必要です。

XRFは表7「XRFの分析概要」に示すように、均質材料に応じて「検量線法」「ファンダメンタル・パラメータ（FP）法」「薄膜FP法」を使い分けます。

⁶ XRFは蛍光X線の光子を計数する測定法のため、統計変動(ばらつき) σ を伴います。そのため分析結果はばらつき σ を考慮する必要があります。

⁷ 分析に適したサイズに切断するなどの加工は必要ですが、溶解処理などは不要です。

⁸ 3σ を1/2にするためには測定時間を4倍にする必要があります。

表 7 XRF の分析概要

分析方法	概要	分析対象均質材料
検量線法	濃度が既知の標準試料の蛍光X線強度と試料のX線強度を比較して試料の元素濃度を求める方法	プラスチック類 セラミック・ガラス類
FP法	蛍光X線強度から元素の種類と濃度を理論的に推論する方法	金属
薄膜FP法	薄膜 ⁹ を構成する元素の蛍光X線強度から膜厚を同定し、その薄膜に含有している元素濃度を理論的に推論する方法	薄膜（めっき）

3) 判定

元素分析のスクリーニングは表8のとおり「確実に非含有」、「確実に含有」、「グレーゾーン」の3水準で判定します。詳細は3.項「スクリーニング分析の手順」を参照ください。

表 8 元素分析の判定

RoHS対象物質	スクリーニング分析の元素分析の判定
Pb、Cd、Hg	元素濃度から「確実に非含有」、「確実に含有」、「グレーゾーン」の3水準で判定
CrVI	クロム元素の濃度からCrVIの「確実に非含有」を判定 「確実な非含有」以外は「グレーゾーン」と判定
PBB、PBDE*	臭素元素の濃度からPBB、PBDEの「確実に非含有」を判定 「確実な非含有」以外は「グレーゾーン」と判定

- * 注 1) 金属・セラミック・ガラスは組成上PBB、PBDEを含有することはありません。
2) これらの材料がグレーゾーンの場合、精密分析は不要です。

⁹ 本ガイドラインでの薄膜とは厚み 0.1mm 未満の膜とします。

(2) 有機分析

RoHS対象物質が有機物の場合、金属・セラミック・ガラスは有機物を含むことがない¹⁰ため、有機分析の対象外です。有機分析は分析試料の加工が必要です。

1) 対象物質

有機分析の対象物質は表9に示すとおり、樹脂に添加することで樹脂に特定の機能を与える有機物質です。

表 9 RoHS 対象有機物質の機能

対象物質	樹脂に与える機能	総称
PBB、PBDE	難燃性	難燃剤
DEHP、BBP、DBP、DIBP	柔軟性	可塑剤

2) 分析方法

分析方法はPyro-GC-MS、HPLC-UV、IAMSのいずれかを用います。

3) 判定

有機分析のスクリーニングによる分類は表10のとおりとします。

表 10 有機分析のスクリーニング分析の判定

判定	濃度
確実に含有	1,500ppm以上
グレーゾーン	500~1,500ppm
確実に非含有	500ppm未満

¹⁰ 金属、セラミック、ガラスなどは数百度の加熱工程を経るため、有機物は分解して存在できません。

3. スクリーニング分析の手順

この章では部品の分類 (1) 金属・セラミックス・ガラス類／(2) プラスチック類／(3) 電子部品、ごとにスクリーニングの各プロセス 1) 分解・均質材料化、2) 試料の調整、3) 分析手法の選択、4) 判定、の詳細を説明します。

スクリーニング分析をする部品が(1)、(2)、(3)のどれに該当するか不明の場合は、(2) プラスチック類を参照ください。

(1) 金属・セラミックス・ガラス類

金属・セラミックス・ガラス類は、主にシャーシ、フレームなどに使用されています。

例：塗装めっき部材、クロメートされた鋼材、はんだ付けされた回路基板、電子部品部材など

1) 分解・均質材料化

表11のとおり、分析に適した状況まで分解を行います。

表 11 金属・セラミック・ガラス類の均質材料化の分解レベル

材料	分解のレベル
A) 塗装・めっきされていない 無垢の材料	<ul style="list-style-type: none"> 均質材料を特定材料に加工したもの 電線はこれ以上の分離分解は不要
B) 塗装・めっきされている材料	<ul style="list-style-type: none"> 機械的に分離できる塗装、塗膜まで分解 多層塗装の場合、各層をそれぞれ分解 めっきは研磨など、機械的な分離を行い母材、めっき層をそれぞれ均質材料とする
C) クロメート処理されている材料	<ul style="list-style-type: none"> 「クロメート層」、「亜鉛めっき層」、「鋼材」をそれぞれ均質材料とする
D) はんだ付けされているもの	<ul style="list-style-type: none"> 「はんだ」、「回路基板に形成されている回路」、「電子部品の端子電極」をそれぞれ均質材料とする 電子部品の端子電極などがめっきされている場合は、「めっき」、「端子電極」をそれぞれ均質材料とする
E) その他	<ul style="list-style-type: none"> 部品・部材表面の印字インクなども均質材料まで分解

2) 試料の調整

均質材料化した材料は、表12のとおり、スクリーニング分析に適した大きさにまで切断などの前処理を行います。

表 12 分析に適した試料の厚み・面積

分析の種類	分析方法	試料の加工と前処理		
		素材	厚み	面積
元素分析	XRF	金属	1mm厚以上	X線照射領域以上
		金属以外	5mm厚以上	

3) スクリーニング分析

(a) 分析手法

金属・セラミックス・ガラス類のスクリーニング分析の手法は、部品の種別が「薄膜」、「バルク」および測定対象の化学物質に応じて表13に示す手法を用います。

表 13 金属・セラミックス・ガラス類のスクリーニング分析の手法

材料の区分		薄膜	バルク
当ガイドラインでの定義		厚み0.1mm未満の均質材料の膜	薄膜ではない固体
測定対象 化学物質	Pb、Hg、Cd、CrVI	XRFの薄膜FP法	XRFの検量線法、またはFP法
	PBB、PBDE、 DEHP、BBP、DBP、DIBP	分析対象外 (これらの物質を含有することはないため)	

4) 判定

(a) Pb、Hg、Cd、CrVI

金属・セラミックス・ガラス類の中のPb、Hg、Cd、CrVIに対するスクリーニング分析における「含有/ 非含有/ グレーゾーン」の判定基準は表14のとおりとします。「グレーゾーン」判定の場合は精密分析を行います。

XRFによる分析結果 $N \pm 3\sigma$ [単位: ppm] の 3σ の値をRoHS対象物質毎の判定式に当てはめ、Nの値から「含有/ 非含有/ グレーゾーン」を判定します。

表 14 金属・セラミックス・ガラス類中の Pb、Hg、Cd、CrVI の判定式

物質	判定式 (単位: ppm)		
	非含有	グレーゾーン	含有
Pb、Hg	$N \leq 700 - 3\sigma$	$700 - 3\sigma < N < 1300 + 3\sigma$	$1300 + 3\sigma \leq N$
Cd	$N \leq 70 - 3\sigma$	$70 - 3\sigma < N < 130 + 3\sigma$	$130 + 3\sigma \leq N$
CrVI	$N \leq 700 - 3\sigma$	$700 - 3\sigma < N$	判定不可

【判定例】

あるセラミック試料のPbのXRF分析結果が $N = 600$ (ppm)、 $3\sigma = 20$ (ppm)であったとします。非含有の判定式に 3σ を代入すると、 $700 - 3\sigma = 700 - 20 = 680$ (ppm) となります。分析結果は $N = 600$ (ppm) < 680 (ppm) ですので、「非含有」と判定できます。

XRFでCrの分析結果が基準値以上の時、表15に示す様に「CrVI」、「三価クロム(CrIII)」、「金属クロム」のいずれであるかを判定できませんのでグレーゾーンと判定し、後述の精密分析で判定します。

表 15 Cr の分析結果と判定

クロム及び クロム化合物	クロム及びクロム化合物の詳細及び判定
CrVI	CrVIはクロムの酸化数 ¹¹ が+6の化合物の総称です。 XRF分析の結果、クロム元素濃度が基準値未満であれば、CrVI濃度も基準値未満であると判定できます。
CrIII	CrVIの代替物質CrIIIは、クロムの酸化数が+3の化合物の総称です。 XRFはCrIIIとCrVIを区別できません。
金属クロム	装飾などの硬質クロムメッキは金属クロムです。 XRFは金属クロムとCrVIの区別ができません。

(b) PBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBP

分析対象外です¹²。

スクリーニング分析でグレーゾーンに該当した場合は [3] 精密分析を実施します。

¹¹ 価数に正負の区分を付けると酸化数となります。

¹² XRF によってセラミックスやガラスから臭素(Br)が検出された場合は、サプライチェーンの上流に遡って構成素材に無機系臭化化合物が含まれていることを確認してください。これにより、分析結果の Br が PBB、PBDE に由来していないこと、つまり PBB、PBDE が含有していないことを確実にできます。

(2) プラスチック類

プラスチック類は、キャビネット、ケーブル被覆などに使用されています。

(例：キャビネット、シャーシ、電源コードの被覆材、ラベル・ステッカーなど)

1) 分解・均質材料化

材料別の分解レベルを表16に示します。

表 16 プラスチック類の均質材料化の分解レベル

材料	分解のレベル
a) 塗装・めっきされていない無垢の材料	<ul style="list-style-type: none"> キャビネットやシャーシ、電源コードの被覆材などは、そのまま均質材料とする 電源コードなどは「導線の被覆材」、「各導線をまとめた被覆材」のように複数の均質材料から構成されていることがあります。その場合はそれぞれを均質材料とする 電源コード付属のプラグが異なる材料で構成されている場合は、それを均質材料とする
b) 塗装・めっきされている材料	<ul style="list-style-type: none"> ラベル・ステッカーなどは「本体」、「粘着剤」「印字インクなどの塗料」をそれぞれ均質材料とする 塗装など表面を装飾¹³している材料の場合、「塗膜などの装飾物」と「本体」をそれぞれ均質材料とする 装飾物が多層である場合は、各層を均質材料とする 電源コードなどを含む部品表面に印刷したインクなども、均質材料とする

2) 試料の調整

表17のとおり、分析に適した状況まで分解を行います。

表 17 分析に適したプラスチック試料の厚み・面積

分析の種類	分析方法	試料の加工と前処理		
		素材	厚み	面積
元素分析	XRF	プラスチック	5mm厚以上	X線照射領域以上
有機分析	Pyro-GCMS、IAMS	直径500μm以下に粉碎		
	HPLC-UV	直径500μm以下に粉碎後、溶剤抽出		

¹³ 無電解めっきや蒸着などによる金属風装飾も含まれます。

3) スクリーニング分析

(a) 分析手法

プラスチック類のスクリーニング分析の手法を以下に示します。なお、プラスチック類中のPBB、PBDEに関しては一次スクリーニング分析でグレーゾーン判定の場合は二次スクリーニング分析を勧めます。

i) 一次スクリーニング (XRF)

プラスチック類のスクリーニング分析は、部品の種別が「薄膜」、「バルク」および測定対象の化学物質に応じて表18に示す手法を用います。

表 18 プラスチック類のスクリーニング分析の手法

材料の区分		薄膜	バルク
当ガイドラインでの定義		厚み0.1mm未満の均質材料の膜	薄膜ではない固体
測定対象 化学物質	Pb、Hg、Cd、CrVI	XRFの薄膜FP法	XRFの検量線法、またはFP法
	PBB、PBDE	グレーゾーン判定の場合は二次スクリーニング分析を行う	
	DEHP、BBP、DBP、DIBP	適用外 (XRFでは分析できないため)	

プラスチック類中のPBB、PBDEに関しては一次スクリーニング分析でグレーゾーン判定の場合は二次スクリーニング分析の実施を勧めます。

ii) 二次スクリーニング (Pyro-GC-MS、IAMSまたはHPLC-UV)

シャープ独自基準

二次スクリーニングは下記の場合に実施します。

- 一次スクリーニング(XRF)で、PBB、PBDEの含有がグレーゾーン判定の試料
- DEHP、BBP、DBP、DIBPの一次スクリーニングを実施しなかった試料

二次スクリーニングは表19に示すPyro-GC-MS、IAMSまたはHPLC-UVで行い、含有/ 非含有/ グレーゾーンを判定します。グレーゾーン判定の場合は精密分析を実施します。

表 19 プラスチック類の二次スクリーニングの化学物質と分析方法

化学物質	分析方法
PBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBP	Pyro-GC-MS、IAMSまたはHPLC-UV

4) 判定

プラスチック類のスクリーニング分析における「含有/ 非含有/ グレーゾーン」の判定基準は以下のとおりとします。「グレーゾーン」と判定された場合は精密分析を行います。

(a) Pb、Hg、Cd、CrVI

プラスチック類中のPb、Hg、Cd、CrVIに対するスクリーニング分析における「含有/非含有/グレーゾーン」の判定基準は表20のとおりとします。「グレーゾーン」判定の場合は精密分析を行います。

表 20 プラスチック類中の Pb、Hg、Cd、CrVI の判定式

物質	判定式 (単位: ppm)		
	非含有	グレーゾーン	含有
Pb	$N \leq 210 - 3\sigma$	$210 - 3\sigma < N < 390 + 3\sigma$	$390 + 3\sigma \leq N$
Hg	$N \leq 700 - 3\sigma$	$700 - 3\sigma < N < 1300 + 3\sigma$	$1300 + 3\sigma \leq N$
Cd	$N \leq 70 - 3\sigma$	$70 - 3\sigma < N < 130 + 3\sigma$	$130 + 3\sigma \leq N$
CrVI	$N \leq 700 - 3\sigma$	$700 - 3\sigma < N$	判定不可

プラスチック類中のPbについて、シャープは表21に示す「含有化学物質報告書」にて、プラスチック類中のPbの含有判定をRoHSよりも厳しい300ppm¹⁴としています。判定はこの基準で実施するようお願いします。

シャープ独自基準

表 21 シャープ(株)含有化学物質報告書(抜粋)

No.	化学物質名/Substances	確認内容(判定基準)/Check point (Criteria)	確認結果/Result
2	鉛及びその化合物/ Lead and its compound	プラスチック類は300ppm以下、その他は1,000ppm以下の含有である(以下略)。 Content in plastics is 300ppm or less. Content in others is 1,000ppm or less. (omitted bellow)	< Applicable/ Not Applicable >

プラスチック類中のHg、Cd、CrVIの判定基準は、(1) 金属・セラミックス・ガラス類に準拠します。

¹⁴ US カリフォルニア州 Proposition 65 の警告表示訴訟の和解協定に基づきます。

(b) PBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBP

プラスチック類中のPBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBPに対するスクリーニング分析における「含有/ 非含有/ グレーゾーン」の判定基準は表22のとおりとします。

表 22 プラスチック類中のPBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBPの判定式

物質	分析方法	判定式 (単位: ppm)		
		非含有	グレーゾーン	含有
PBB、PBDE	元素分析	$N \leq 300 - 3\sigma$	$300 - 3\sigma < N$	判定不可
	有機分析	$N \leq 500$	$500 < N < 1,500$	$1,500 \leq N$
DEHP、BBP、DBP、DIBP	有機分析	$N \leq 500$	$500 < N < 1,500$	$1,500 \leq N$

PBB、PBDEは1分子あたりの臭素(Br)の数が1から10まで存在します。本ガイドラインではXRFによる一次スクリーニング(元素分析)でBrが300ppm未満の時、臭素1分子あたり1個の臭素を持つPBBまたはPBDEが存在しない「非含有」と判断します。それ以外はグレーゾーンと判定します。

PBB、PBDEの元素分析にて「グレーゾーン」と判定された場合は、有機分析による二次スクリーニングの実施を勧めます。PBB、PBDEの有機分析の判定式はシャープ独自基準といたします。

シャープ独自基準

プラスチック類中のPBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBPに対するスクリーニング分析の結果、グレーゾーンに該当した場合は[3]精密分析を実施します。

(3) 電子部品類

電子部品類とはPWB上などに実装されているチップコンデンサやLSIなどの微小な電子部品を指します。

1) 分解・均質材料化

微小な電子部品類は以下の課題があり、均質材料での測定が困難とされています。

- ・ モジュールやユニット上の微小な電子部品から分析に必要な量の均質材料の収集¹⁵が困難
- ・ 均一な化学組成を有しない電子部品¹⁶が多く、機械的手法による均質材料への分離が困難

上記に基づき、微小な電子部品は加工・製造する前の納入部材を、均質材料単位で分析することが望ましいです。その場合は前述の金属・セラミックス・ガラス・プラスチック類分析方法を適用できます。

納入部材の分析が困難な場合は、微小な電子部品を粉末にすりつぶしての分析を認めます。ただし、分析結果は構成材料の平均値となります。そのため分析結果の評価・判断は構成部品の構造・材料に関する知識に基づくことが必要です。

2) 試料の調整

表23のとおり、分析に適した状況まで分解を行います。

表 23 分析に適した電子部品類の加工及び前処理

分析の種類	分析方法	試料の加工と前処理	
元素分析	XRF	加工前の納入部材	金属・セラミックス・ガラス・プラスチック類の方法を適用
		微小な電子部品	直径250μm以下の粉末にすりつぶす★
有機分析	Pyro-GCMS、IAMS	直径500μm以下に粉碎	
	HPLC-UV	直径500μm以下に粉碎後、溶剤抽出	

★ シャープ独自基準

3) スクリーニング分析

(a) 分析手法

ここでは微小な電子部品類の分析手法を説明します。加工前の納入部材など、均質材料が入手できる場合は金属・セラミックス・ガラス・プラスチック類の方法を適用してください。

¹⁵ 例えば体積が 0.01mm³ 以下の積層セラミックチップコンデンサは、外部(端子)電極、誘電体層、内部電極で構成されています。スクリーニング分析に必要な量は数千から数十万個となり、現実的ではありません。

¹⁶ IC や LSI などはトランジスタなどの素子や配線用金属を機械的に分解することが困難です。

i) 一次スクリーニング (XRF)

表24に電子部品類のスクリーニング分析法を示します。電子部品類の元素分析は粉末をXRFで分析します。なお、電子部品中のPBB、PBDEに関しては一次スクリーニング分析でグレーゾーン判定の場合は二次スクリーニング分析を勧めます。

表 24 電子部品類の一次スクリーニングの分析方法

化学物質	分析方法
Pb、Hg、Cd、CrVI	XRFの検量線法
PBB、PBDE、	グレーゾーン判定の場合は二次スクリーニング分析を行う
DEHP、BBP、DBP、DIBP	適用外 (XRFでは分析できないため)

ii) 二次スクリーニング (Pyro-GC-MS、IAMSまたはHPLC-UV)

二次スクリーニングは下記の場合に実施します。

シャープ独自基準

- ・ 一次スクリーニング(XRF)で、PBB、PBDEの含有がグレーゾーン判定の試料
- ・ DEHP、BBP、DBP、DIBPの一次スクリーニングを実施しなかった試料

二次スクリーニングは表25に示すPyro-GC-MS、IAMSまたはHPLC-UVで行い「含有/非含有/グレーゾーン」を判定します。グレーゾーン判定の場合は精密分析を実施します。

表 25 電子部品類の二次スクリーニングの化学物質と分析方法

化学物質	分析方法
PBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBP	Pyro-GC-MS、IAMSまたはHPLC-UV

4) 判定

電子部品類のスクリーニング分析における「含有/ 非含有/ グレーゾーン」の判定基準は表26のとおりとします。「グレーゾーン」判定の場合は精密分析を行います。

なお、電子部品の判定式はIEC62321に基づき安全係数を50%としています。

(a) Pb、Hg、Cd、CrVI

表 26 電子部品類中の Pb、Hg、Cd、CrVI の判定式

物質	判定式 (単位: ppm)		
	非含有	グレーゾーン	含有
Pb、Hg	$N \leq 500 - 3\sigma$	$500 - 3\sigma < N < 1,500 + 3\sigma$	$1,500 + 3\sigma \leq N$
Cd	$N \leq \text{検出下限}$	$\text{検出下限} < N < 150 + 3\sigma$	$150 + 3\sigma \leq N$
CrVI	$N \leq 500 - 3\sigma$	$500 - 3\sigma < N$	判定不可

粉砕した電子部品中において、Cdが検出されないことを非含有とします。

(b) PBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBP

電子部品類中のPBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBPに対するスクリーニング分析における「含有/ 非含有/ グレーゾーン」の判定基準は表27のとおりとします。

表 27 電子部品類中のPBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBPの判定式

物質	分析方法	判定式 (単位: ppm)		
		非含有	グレーゾーン	含有
PBB、PBDE	元素分析	$N \leq 250 - 3\sigma$	$250 - 3\sigma < N$	判定不可
	有機分析	$N \leq 500$	$500 < N < 1,500$	$1,500 \leq N$
DEHP、BBP、DBP、DIBP	有機分析	$N \leq 500$	$500 < N < 1,500$	$1,500 \leq N$

PBB、PBDEの元素分析にて「グレーゾーン」と判定された場合は、有機分析による二次スクリーニングの実施を勧めます。PBB、PBDEの有機分析の判定式はシャープ独自基準といたします。

シャープ独自基準

電子部品類中のPBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBPに対するスクリーニング分析の結果、グレーゾーンに該当した場合は[3]精密分析を実施します。

[3] 精密分析

1. 精密分析とは

精密分析とは、スクリーニング分析を行わなかった試料、もしくはスクリーニング分析で「グレーゾーン」と判定された試料の評価・判定に用いる分析です。精密分析による評価は「確実に含有」、「確実に非含有」の2種類となります。

2. 精密分析の手法

精密分析の手法はスクリーニング分析と同様、表28に示す様に「(1) 元素分析」と「(2) 有機分析」に分けられます。どちらの分析を実施するかは測定対象化学物質によって異なります。

表 28 精密分析における分析法と対象物質及び分析手段詳細

分析法	対象物質(元素)	精密分析に用いる分析手段詳細
(1) 元素分析	Pb、Cd、Hg、Cr	AAS、AES、ICP-OES、ICP-MSなど
	CrVI	ジフェニルカルバジド吸光光度法 クロメート処理品とそれ以外で試料調整法が異なります
(2) 有機分析	PBB、PBDE、DEHP、 BBP、DBP、DIBP	溶媒抽出GCMS法など

3. 精密分析の手順

均質材料に分解した試料の質量と、試料を溶解する溶剤や酸の質量を秤量し、分析溶液中の試料濃度を常に管理します。そして対象物質に応じた分析法で分析します。

4. 精密分析の実施

精密分析は、1) 試料の採取、2) 分析の準備(試料の分解と調整、秤量、酸の選択と秤量、試料の溶解など)、3) 分析の実施、4) 判定、のプロセスで行います。実施方法は表29に示すように、試料の形態と分析方法によって7種に分類され、試料材料、分析対象物質、試料形態によって試料の調整法が異なります。

表 29 精密分析の試料材料、対象物質、形態と分析法の一覧

試料材料	対象物質	試料形態	分析法	参照ページ
金属 セラミック ガラス類 プラスチック 電子部品	Pb Cd Hg Cr	バルク ¹⁷	バルクの酸溶解液の 元素分析	(1) バルク中の無機物質 (Pb、Cd、Hg、Cr)
		一般的なめっきなど	めっきの酸溶解液の 元素分析	(2) 一般的なめっきなど の表面処理品
		膜厚が0.1μm未満かつ 表面積が10mm ² 未満	バルクと共に酸に溶解 した溶解液の元素分析	(3) めっき膜厚が0.1μm未 満かつ表面積が 10mm ² 未満のとき ★
		めっき面積が微小かつ 超薄膜	メッキ浴液の元素分析	(4) めっき面積が微小か つ超薄膜のとき ★
金属 (クロメート処理)	CrVI	クロメート処理	沸騰水(又は温水)抽出- ジフェニルカルバジド吸 光光度分析	(5) 金属上にクロメート 処理したクロメート中 のCrVIの分析 ★
プラスチック 電子部品	PBB PBDE DEHP BBP DBP DIBP	バルク	GC-MS	(6) プラスチック・電子部 品中の有機物質の分析
	CrVI	バルク	アルカリ抽出-ジフェニ ルカルバジド吸光光度 分析	(7) プラスチック・電子部 品中のCrVIの分析

★ シャープ独自基準

(1) バルク中の無機物質 (Pb、Cd、Hg、Cr)

この項目では、表30に示すバルク材料(金属・セラミック・ガラス類またはプラスチック、電子部品)の無機物質の元素を定量分析する手順を示します。

表 30 バルク材料の分析対象物質と分析方法

試料材料	対象物質	試料形態	分析法
<ul style="list-style-type: none"> • 金属・セラミック・ガラス類 • プラスチック • 電子部品 	Pb、Cd、Hg、Cr	バルク	酸溶解液の元素分析

注) ここで得られるCrの分析結果はスクリーニング分析と同じくCr元素の濃度であり、CrVIの濃度ではありません。

また、金属・セラミックス・ガラス類は製造工程で数百度の熱処理を実施しますので、有機物質が残存することはありません。従いまして、金属・セラミックス・ガラス類中の有機分析は不要です。

¹⁷ 本ガイドラインでのバルクとは薄膜ではない固体を意味します。

5) 試料の採取

試料は測定部位を代表できる平均的な試料となるように採取します。

6) 分析の準備

(a) 試料の分解と調整

試料を均質材料に分解し、秤量や溶解に適したサイズに切断・分解します。

(b) 試料の秤量

切断・分解した均質材料を精密天秤で秤量します。

(c) 酸の選択と秤量

試料材質別に推奨する酸は表31のとおりです。試料中に共存する元素によって使用する酸は異なります。詳しくはIEC62321を参照してください。試料を溶解するために選択した酸を秤量します。

表 31 バルク材料の試料材質と溶解に用いる酸

試料材質	酸
鉄、銅、アルミニウム、はんだ	王水、硝酸、塩酸、フッ酸、過酸化水素
金、白金、パラジウム、セラミック	王水
プラスチック	硫酸 ¹⁸ 、過酸化水素、硝酸、塩酸
ガラス	硝酸、フッ酸
銀	硝酸
その他	各種酸

(d) 試料の溶解

秤量した試料を材質別に推奨する酸に溶解し、この溶液を分析に用います。表32に示すとおり、分析対象の元素によって溶解の手法が異なります。

表 32 バルク材料の測定対象物質と溶解の手法

元素	溶解の手法
Pb、Cd、Cr	試料に応じた密閉系マイクロ波加熱分解または開放系酸分解で溶解します。本ガイドラインではマイクロ波加熱分解法を推奨します。
Hg	水銀は他の金属と異なって揮発性が高い物質です。そのため試料調整中の加熱処理によって気化して失われることがありますので、マイクロ波加熱分解法で溶解します。

¹⁸ 鉛は硫酸と反応して水に難溶性な硫酸鉛を生成することがありますので、鉛の定量分析には適しません。

7) 分析の実施

表33に示すとおり、分析対象の元素によって分析方法は異なります。

表 33 バルク材料の分析対象元素と分析方法

元素	分析方法
Pb、Cd、Cr	<ul style="list-style-type: none"> 原子吸光分析 (AAS) ICP発光分光分析 (ICP-OES) フレイムレス原子吸光分析 (FLAAS) ICP質量分析 (ICP-MS)
Hg	<ul style="list-style-type: none"> 還元気化原子吸光分析 (CV-AAS) 還元気化ICP発光分光分析 (CV-ICP-OES) ICP質量分析 (ICP-MS)

8) 判定

表34に示す含有基準を基に含有、非含有の判定を行います

表 34 バルク材料の分析対象元素と分析結果の判定

元素	判定基準
Pb、Hg	1,000 ppm
Cd	100 ppm

注) ここで得られるCrの分析結果はスクリーニング分析と同じくCr元素の濃度であり、CrVIの濃度ではありませんので判定に使用しません。

(2) 一般的なめっきなどの表面処理品

この項目では、表35に示す一般的なめっきなどの表面処理品の元素を定量分析する手順を示します。

表 35 表面処理品の分析対象物質と分析方法

試料材料	対象物質	試料形態	分析法
<ul style="list-style-type: none"> 金属 セラミック ガラス類 プラスチック 電子部品 	Pb Cd Hg Cr	一般的なめっきなど	めっきの酸溶解液の元素分析

注) ここで得られるCrの分析結果はスクリーニング分析と同じくCr元素の濃度であり、CrVIの濃度ではありません

1) 試料の採取

試料は測定部位を代表できる平均的な試料となるように採取します。

2) 分析の準備

(a) 試料の分解と調整

試料の表面処理部分のみを選択的に研磨・溶解等を行い、均質材料として取り出します。

(b) 試料の秤量

上記で取り出した均質材料を精密天秤で秤量します。

(c) 酸の選択と秤量

試料材質別に推奨する酸は表36のとおりです。試料中に共存する元素によって使用する酸は異なります。詳しくはIEC62321を参照してください。秤量した試料を溶解するために選択した酸を秤量します。

表 36 表面処理品の材質と溶解に用いる酸

試料材質	酸
鉄、銅、アルミニウム、はんだ	王水、硝酸、塩酸、フッ酸、過酸化水素
金、白金、パラジウム、セラミック	王水
プラスチック	硫酸、過酸化水素、硝酸、塩酸
ガラス	硝酸、フッ酸
銀	硝酸
その他	各種酸

(d) 試料の溶解

秤量した試料を材質別に推奨する酸に溶解し、この溶液を分析に用います。表37に示すとおり、分析対象の元素によって溶解の手法が異なります。

表 37 表面処理品の測定対象物質と溶解の手法

元素	溶解の手法
Pb、Cd、Cr	試料に応じた密閉系マイクロ波加熱分解または開放系酸分解で溶解します。 本ガイドラインではマイクロ波加熱分解法を推奨します。
Hg	水銀は他の金属と異なって揮発性が高い物質です。そのため試料調整中の加熱処理によって気化して失われることがありますので、マイクロ波加熱分解法で溶解します。

3) 分析の実施

表38に示すとおり、分析方法は分析対象の元素によって異なります。

表 38 表面処理品の分析対象元素と分析方法

元素	分析方法
Pb、Cd、Cr	<ul style="list-style-type: none"> • 原子吸光分析 (AAS) • ICP発光分光分析 (ICP-OES) • フレームレス原子吸光分析 (FLAAS) • ICP質量分析 (ICP-MS)
Hg	<ul style="list-style-type: none"> • 還元気化原子吸光分析 (CV-AAS) • 還元気化ICP発光分光分析 (CV-ICP-OES) • ICP質量分析 (ICP-MS)

4) 判定

表39に示す含有基準を基に含有、非含有の判定を行います

表 39 表面処理品の分析対象元素と判定基準

元素	判定基準
Pb、Hg	1,000 ppm
Cd	100 ppm

注) ここで得られるCrの分析結果はスクリーニング分析と同じくCr元素の濃度であり、CrVIの濃度ではありませんので判定に使用しません。

(3) めっき膜厚が0.1μm未満かつ表面積が10mm²未満のとき

この項目は表40に示す、めっき膜厚が0.1μm未満かつ表面積が10mm²未満のときの元素を定量分析する手順を示します。

シャープ独自基準

表 40 膜厚が 0.1μm 未満かつ表面積が 10mm² 未満のめっき膜の分析対象物質と分析方法

試料材料	対象物質	試料形態	分析法
<ul style="list-style-type: none"> • 金属・セラミック・ガラス類 • プラスチック • 電子部品 	Pb、Cd、 Hg、Cr	膜厚が0.1μm未満かつ 表面積が10mm ² 未満	バルクと共に酸に溶解した溶解液の元素分析

注) ここで得られるCrの分析結果はスクリーニング分析と同じくCr元素の濃度であり、CrVIの濃度ではありません

シャープ独自基準としてめっき膜厚が0.1μm未満かつ表面積が10mm²未満の場合は、スクリーニング分析が困難のため、下記バルクでの分析の適用を可とします。

シャープ独自基準

1) 試料の採取

試料は測定部位を代表できる平均的な試料となるように採取します。

2) 分析の準備**(a) 試料の分解と調整**

試料を均質材料に分解し、秤量や溶解に適したサイズに切断・分解します。

(b) 試料の秤量

切断・分解した均質材料を精密天秤で秤量します。

(c) 酸の選択と秤量

試料材質別に推奨する酸は表41のとおりです。試料中に共存する元素によって使用する酸は異なります。詳しくはIEC62321を参照してください。秤量した試料を溶解するために選択した酸を秤量します。

表 41 膜厚が 0.1μm 未満かつ表面積が 10mm² 未満のめっき膜の試料材質と溶解に用いる酸

試料材質	酸
鉄、銅、アルミニウム、はんだ	王水、硝酸、塩酸、フッ酸、過酸化水素
金、白金、パラジウム、セラミック	王水
プラスチック	硫酸、過酸化水素、硝酸、塩酸
ガラス	硝酸、フッ酸
銀	硝酸
その他	各種酸

(d) 試料の溶解

秤量した試料を材質別に推奨する酸に溶解し、この溶液を分析に用います。表42のとおり、分析対象の元素によって溶解の手法が異なります。

表 42 膜厚が 0.1 μ m 未満かつ表面積が 10mm² 未満のめっき膜の測定対象物質と溶解の手法

元素	溶解の手法
Pb、Cd、Cr	試料に応じた密閉系マイクロ波加熱分解または開放系酸分解で溶解します。 本ガイドラインではマイクロ波加熱分解法を推奨します。
Hg	水銀は他の金属と異なって揮発性が高い物質です。そのため試料調整中の加熱処理によって気化して失われることがありますので、マイクロ波加熱分解法で溶解します。

3) 分析の実施

表43に示すとおり、分析方法は分析対象の元素によって異なります。

表 43 膜厚が 0.1 μ m 未満かつ表面積が 10mm² 未満のめっき膜の分析対象元素と分析方法

元素	分析方法
Pb、Cd、Cr	<ul style="list-style-type: none"> 原子吸光分析 (AAS) ICP発光分光分析 (ICP-OES) フレイムレス原子吸光分析 (FLAAS) ICP質量分析 (ICP-MS)
Hg	<ul style="list-style-type: none"> 還元気化原子吸光分析 (CV-AAS) 還元気化ICP発光分光分析 (CV-ICP-OES) ICP質量分析 (ICP-MS)

4) 判定

表44に示す含有基準を基に含有、非含有の判定を行います

シャープ独自基準

表 44 膜厚が 0.1 μ m 未満かつ表面積が 10mm² 未満のめっき膜の分析対象元素と判定基準

元素	判定基準
Pb、Hg	1,000 ppm
Cd	100 ppm

注) ここで得られるCrの分析結果はスクリーニング分析と同じくCr元素の濃度であり、CrVIの濃度ではありませんので判定に使用しません。

当判定基準は、IEC62321では定められていません。シャープでは「EU委員会のRoHS施行ガイドンズドキュメント」¹⁹ を参考に上記を判断基準として定めます。

¹⁹ 「RoHS Enforcement Guidance Document (Version 1 issued May 2006)

<https://www.epa.ie/pubs/advice/waste/rohs/RoHS%20Enforcement%20Guidance%20Document%20-%20v%201%20May%2020061.pdf>

(4) めっき面積が微小かつ超薄膜のとき

シャープ独自基準

この項目では表45に示す、「(2) 一般的なめっきなどの表面処理品」、「(3) めっき膜厚が0.1μm未満かつ表面積が10mm²未満のとき」の分析が困難な「めっき面積が微小かつ超薄膜のとき」の元素を定量分析する手順を示します。この場合、めっき浴液中の対象物質濃度を行います。

表 45 めっき面積が微小かつ超薄膜のときの分析対象物質と分析方法

試料材料	対象物質	試料形態	分析法
<ul style="list-style-type: none"> 金属・セラミック・ガラス類 プラスチック 電子部品 	Pb、Hg Cd、Cr	めっき面積が微小 かつ超薄膜	めっき浴液の分析

注) ここで得られるCrの分析結果はスクリーニング分析と同じくCr元素の濃度であり、CrVIの濃度ではありません

1) 試料の採取

めっき浴液を採取します。

2) 分析の準備

めっき浴液を試料にします。

3) 分析の実施

表46に示すとおり、分析方法は分析対象の元素によって異なります。

表 46 めっき面積が微小かつ超薄膜のときの分析対象元素と分析方法

元素	分析方法
Pb、Cd、Cr	<ul style="list-style-type: none"> 原子吸光分析 (AAS) ICP発光分光分析 (ICP-OES) フレイムレス原子吸光分析 (FLAAS) ICP質量分析 (ICP-MS)
Hg	<ul style="list-style-type: none"> 還元気化原子吸光分析 (CV-AAS) 還元気化ICP発光分光分析 (CV-ICP-OES) ICP質量分析 (ICP-MS)

4) 判定

シャープ独自基準

シャープでは独自基準として表47の「めっき浴液管理濃度」を基に含有、非含有の判定を行います。めっき浴液管理濃度はRoHS許容濃度の1/100とします。

表 47 めっき面積が微小かつ超薄膜のときの分析対象元素と判定基準

対象元素	めっき浴液管理濃度判定基準
Cd	1 ppm
Pb、Hg	10 ppm

注) ここで得られるCrの分析結果はスクリーニング分析と同じくCr元素の濃度であり、CrVIの濃度ではありませんので判定に使用しません。

(5) 金属上にクロメート処理したクロメート中のCrVIの分析

この項目では、表48に示す金属上にクロメート処理したクロメート中のCrVIを定量分析する手順を示します。

表 48 金属上にクロメート処理したクロメート中の CrVI の分析方法

試料材料	対象物質	試料形態	分析法
• 金属(クロメート処理)	CrVI	クロメート処理	沸騰水(又は温水)抽出-ジフェニルカルバジド 吸光光度分析

1) 試料の採取

試料を表面積²⁰が50cm² (20~30cm²)になるように採取します。

2) 分析の準備

(a) CrVI の抽出

表49に示すように、試料を100℃ の沸騰水(または80℃の温水)に浸漬し、10分間抽出します。

IEC62321は沸騰水抽出法を規定していますが、沸騰水は火傷等の危険性が高いため、シャープ独自基準として、温水抽出法の適用も可とします。ただし、温水抽出法はCrVIの抽出効率を50%とします。

シャープ独自基準

表 49 金属上にクロメート処理したクロメート中の CrVI の抽出法

項目	沸騰水抽出法 (IEC62321)	温水抽出法
抽出水温 (°C)	100	80
抽出時間 (分)	10 ± 0.5	10 ± 0.5
サンプル表面積 (cm ²)	50 ± 5	25 ± 5
抽出水量 (ml)	50	30
抽出効率(%)	100	50

シャープ独自基準

(b) 試料の秤量

抽出後、試料を除去し、抽出液に純水を加えて50ml (30ml)に調整し、分析に供します。

²⁰ ねじの表面積は IEC62321 に記載の表面積算定式、又は本ガイドラインの附属書記載の模式図と近似式による表面積算定式等で計算可能です

3) 分析の実施

表50に示すとおり、試料溶液はジフェニルカルバジド吸光光度法を用いて選択的にCrVIのみを定量し、抽出されたCrVI量と試料の表面積から、CrVI抽出量 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]を算出します。

表 50 金属上にクロメート処理したクロメート中の CrVI の分析方法

対象物質	分析方法
CrVI	沸騰水(又は温水)抽出-ジフェニルカルバジド吸光光度法

4) 判定

表51に示す含有基準を基に含有、非含有の判定を行います。

表 51 金属上にクロメート処理したクロメート中の CrVI の抽出法と判定基準

抽出法	判定基準
沸騰水抽出法 IEC62321	0.10 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]
温水抽出法 シャープ独自基準	0.05 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]

(6) プラスチック・電子部品中の有機物質の分析

この項目では、表52に示すプラスチック・電子部品中の有機物質を定量分析する手順を示します。

表 52 プラスチック・電子部品中の分析対象物質と分析法

試料材料	対象物質	試料形態	分析法
<ul style="list-style-type: none"> • プラスチック • 電子部品 	PBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBP	バルク	GC-MS

1) 試料の採取

試料は測定部位を代表できる平均的な試料となるように採取します。

2) 分析の準備

(a) 試料の分解と調整

試料を均質材料に分解し、秤量や溶解に適したサイズに切断・分解します。

分解した均質材料は直径500μmの球体よりも小さくなるように粉砕します。

(b) 試料の秤量

粉砕した均質材料を精密天秤で秤量します。

(c) 抽出

試料の抽出に関し、「溶媒及び抽出法の選定」を行い、抽出を実施します。抽出実施後、ポリマー成分の除去を行います。

i) 溶媒及び抽出法の選定

表53に示す抽出法に適した溶媒とサロゲートを選定します。

抽出に関わる注意点、溶媒、サロゲート、再沈については「附属書IV」を参照ください。

表 53 抽出法と必要な溶媒及び試薬

抽出法	抽出溶媒	サロゲート添加	再沈溶媒
ソックスレー抽出	貧溶媒	要	不要
超音波抽出	良溶媒	要	貧溶媒

ii) 抽出の実施

抽出はa)で選定した「ソックスレー抽出法」または「超音波抽出法」で実施します。

抽出に関わる注意点については附属書IVを参照ください。

iii) ポリマー成分の除去

抽出液はシリカゲル等によってポリマー成分を除去して分析に用います。

3) 分析の実施

表54に示すとおり、分析は抽出液をGCMSで分析します。

表 54 プラスチック・電子部品中の分析対象物質と分析方法

対象物質	分析方法
PBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBP	GC-MS

4) 判定

表55の含有基準を基に含有、非含有の判定を行います。

表 55 プラスチック・電子部品中の分析対象物質と判定基準

対象物質	判定基準
PBB、PBDE、DEHP、BBP、DBP、DIBP	1,000ppm

(7) プラスチック・電子部品中のCrVIの分析

この項目では、表56に示す、プラスチック・電子部品中のCrVIを定量分析する手順を示します。

表 56 プラスチック・電子部品中の CrVI の分析法

試料材料	対象物質	試料形態	分析法
<ul style="list-style-type: none"> • プラスチック • 電子部品 	CrVI	バルク	アルカリ抽出-ジフェニルカルバジド吸光光度分析

1) 試料の採取

試料は測定部位を代表できる平均的な試料となるように採取します。

2) 試料の調整

採取した均質材料を粉碎後、ふるい(250 μ m)を通過したものを試料とします。
秤量後アルカリ/温水によって抽出します。

(a) 試料の秤量

上記2)でふるいをかけたものを秤量します。

(b) 抽出

アルカリ/温水によって抽出します。

樹脂によりCrVIの抽出効率が大きく異なる為、樹脂材料別の抽出法適用可否を表57に示します。

表 57 プラスチック・電子部品中の材料別 CrVI 抽出方法適用可否

樹脂材料	PVC、ABS	EVAC、PE	その他
適用可否	可	不可	実験的に抽出効率を求めて補正する事

(c) pH 調整

抽出後、試料を除去し、希硝酸で抽出液のpHを7.5 \pm 0.5に調整したものを試料溶液とします。

3) 分析方法

試料溶液は表58に示すジフェニルカルバジド吸光光度法を用いて選択的にCrVIのみを定量します。

表 58 プラスチック・電子部品中の CrVI 分析方法

対象物質	分析方法
CrVI	アルカリ抽出-ジフェニルカルバジド吸光光度法

4) 判定

定量結果を均質材料中のCrVI含有量 [μg]/試料重量[g] に換算し、表59に示す判定基準と比較します。

表 59 プラスチック・電子部品中の CrVI 判定基準

対象物質	判定基準
CrVI	1,000ppm

[4] 分析データの取り扱い

当ガイドラインに基づいて分析したデータを「分析データ」として「含有化学物質報告書」と共に仕様書に添付願います。ただし、シャープでは判定が「含有」の場合、原則として当該部品の採用は行いません。

当ガイドラインの問い合わせ先

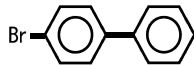
シャープ株式会社
品質・環境統轄部 環境推進グループ
E-mail: chem.epg@sharp.co.jp

附属文書 I

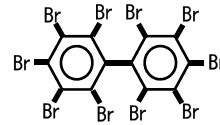
PBB、PBDEのスクリーニング判定基準について

PBBとPBDEにおいて、臭素数が最小であるBr=1のMono BBとMono BDEと、臭素数が最大であるBr=10のDeca BBとDeca BDEを代表とすると、構造式は図2のようになります。

PBB

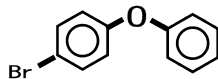


Mono Brominated Biphenyl
Mono BB (Br=1)

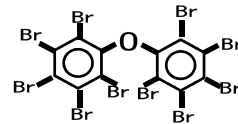


Deca Brominated Biphenyl
Deca BB (Br=10)

PBDE



Mono Brominated Diphenyl Ether
Mono BDE (Br=1)



Deca Brominated Diphenyl Ether
Deca BDE (Br=10)

図 2 Mono BB、Deca BB、Mono BDE、Deca BDE の構造式

Mono BB、Deca BB、Mono BDE、Deca BDEの分子量とBr数、1分子中のBr量、およびBrの構成比は、表60のとおりです。Mono BDEはBr数が最低で、Br構成比が最小の32%です。

表 60 MonoBB, DecaBB, MonoBDE, DecaBDE の分子量と Br の構成比

物質	分子量	Br数	1分子中のBr量	Br構成比
Mono BB	233.1	1	79.9	34%
Deca BB	943.2	10	799.0	85%
Mono BDE	249.1	1	79.9	32%
Deca BDE	959.2	10	799.0	83%

Br構成比が最小のMono BDEが1,000ppmの時、XRFで測定されるBrは320ppmとなります。従いまして、XRFでBrが300ppm未満の時、PBB、PBDEは基準値未満であると判断できます。

附属文書 II

抽出水中のCrVI濃度から求まるクロメート膜中のCrVI濃度について

2. クロメート膜の特徴

クロメート膜は複雑な多核錯体構造を有しており、周囲の湿度によって膜厚と比重が変化することが知られています。

3. 熱水抽出法の特徴

熱水抽出法は、試料表面から抽出されたCrVIの質量を求められます。よって測定結果は、試料の単位面積当たりのCrVIの濃度 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]で得られます。

4. 単位変換

RoHS指令への適合可否は、均質材料中のCrVI濃度で判断します。熱水抽出法で求まる単位面積当たりのCrVIの濃度 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]を、均質材料中のCrVI濃度へ変換する必要があります。変換はクロメート膜の膜厚、膜比重が必要ですが、クロメート膜は周囲の湿度によって膜厚と比重が変化しますので、計算は困難です。

5. IEC62321 の評価基準

1) 検出下限

ジフェニルカルバジド吸光光度法による抽出水²¹中のCrVIの検出下限濃度は0.02 [mg/kg]です。

2) IEC62321の定性的評価基準

IEC62321の定性的な評価基準を下表61に示します。

表 61 IEC62321 における評価基準

ジフェニルカルバジド 吸光光度法によるCrVI濃度	定性的な評価結果
0.10 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]未満	非含有
0.10 ~ 0.13 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]	グレーゾーン 試料表面を再度3回測定し、平均値にて評価。 その平均値がグレーゾーンの場合は含有とみなす。
0.13 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]以上	含有

²¹ 「抽出水」中の濃度であり、クロメート膜の濃度ではありません。

6. 仮定計算

クロメート膜の膜厚を0.25 [μm]、比重を[4.0g/cm³]と仮定すると、単位面積あたりのCrVI濃度が0.10 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]のとき、クロメート膜中のCrVI濃度が0.1 [wt%]となります。

上記は、「膜厚と比重の仮定値」、「抽出水中のCrVI検出下限濃度0.02 [mg/kg]」から「クロメート膜中のCrVI濃度の概算値0.02 [wt%]」を計算し、この値から求められます。以下に概略を示します。

i) 分析サンプル推奨条件

表面積50[cm²]、抽出水50[mL] (= 0.05[kg]) です。

ii) 検出下限濃度とCrVI量

抽出水50 [mL] (=0.05[kg]) 中のCrVI検出下限濃度0.02 [mg/kg]におけるCrVI量は0.001 [mg]です。

$$0.02 \text{ [mg/kg]} * 0.05 \text{ [kg]} = 0.001 \text{ [mg]}$$

iii) CrVIの単位面積あたりの検出下限値

上記i)とii)からCrVIの単位面積 (= 1 [cm²]) 当たりの検出下限値は 0.02 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]です。

$$0.001 \text{ [mg]} / 50 \text{ [cm}^2] = 0.02 \text{ [}\mu\text{g}/\text{cm}^2]$$

iv) クロメート膜の物性範囲

クロメート膜は膜厚と比重は不定ですが、膜厚0.2~0.5 [μm]、比重2.0~5.0 [g/cm³]とされています。この値からクロメート膜の膜厚を0.25 [μm]、比重を[4.0g/cm³]と仮定します。

v) 仮定計算

次のパラメータで計算します。

- 仮定値：膜厚0.25 [μm]、比重[4.0g/cm³]
 - iii)で求めたCrVIの単位面積当たりの検出下限値：0.02 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]
- このクロメート膜中のCrVI濃度は0.02 [wt%] (=200 [ppm]) と算出できます。

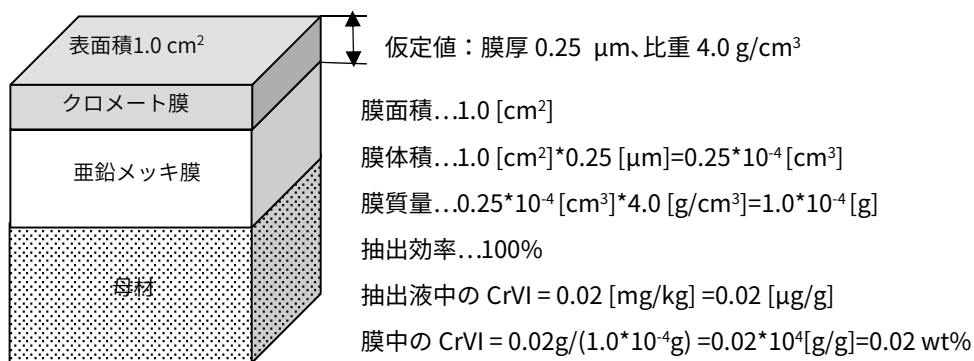


図 3 クロメート膜中の CrVI の計算

vi) RoHS基準におけるCrVI単位面積濃度

上記v)において、検出下限値0.02 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]のクロメート膜中のCrVI濃度0.02wt%であることから、CrVI濃度が0.1 [wt%]の時、クロメート膜中のCrVI濃度0.10 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$] と計算できます。

附属文書 III

ねじの表面積近似式

ねじ山の断面を正三角形で近似すると表面積は次式となります。近似値は実際の表面積よりも大きくなります。

ねじの全表面積 = ① ねじ頭底部表面積 + ② ねじ山部表面積

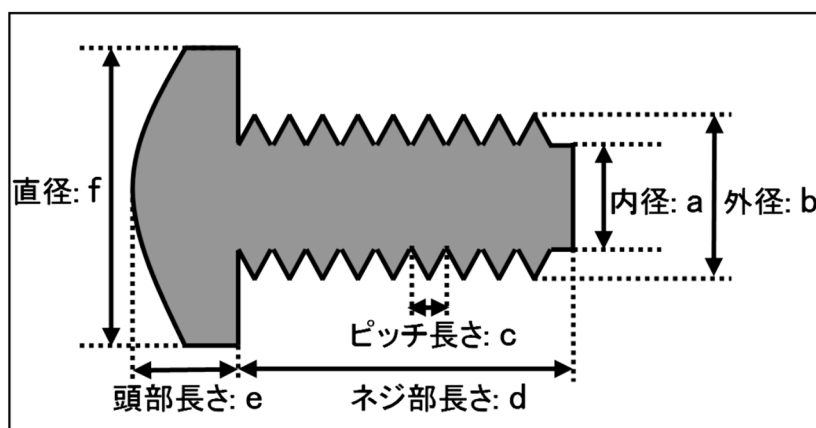


図 4 ねじ模式図 (ねじ山断面を正三角形で近似)

$$\text{① ねじ頭底部表面積} = \pi \times f \times e + 2 \times \pi \times \left(\frac{f}{2}\right)^2$$

$$\text{② ねじ山部表面積} = \pi \times \left\{ \left(\frac{b}{2}\right)^2 - \left(\frac{a}{2}\right)^2 \right\} \times \frac{d}{c} \times 2 \times \frac{2}{\sqrt{3}}$$

附属文書 IV

プラスチック・電子部品中の有機物質の抽出、分析に必要な薬剤について

(1) PBB、PBDEの抽出時の紫外線遮断

PBB、PBDEは紫外線によって分子内の臭素が脱離する「脱臭素化」を生じます。そのため抽出中の試料を紫外線から保護するため、遮光抽出器具を用いるか、抽出器具をアルミホイルなどで覆うことによって抽出中の試料内のPBB、PBDEを紫外線から遮断することが必要です。

(2) 貧溶媒・良溶媒について

表62に示す様に、対象物質とプラスチックの主材料である高分子を溶解する「良溶媒」と、対象物質は溶解するが、高分子を溶解しない「貧溶媒」に分類されます。

表 62 良溶媒と貧溶媒

溶媒	説明	代表例
良溶媒	対象物質と高分子の両方を溶解する	テトラヒドロフラン(THF)、トルエン、アセトン
貧溶媒	対象物質を溶解するが、高分子を溶解しない	ヘキサン、アセトニトリル、メタノール

(3) サロゲートについて

対象物質は、抽出処理後のポリマー残渣に残存するなどが理由で、抽出液中の濃度が実濃度よりも小さくなる場合があります。そこで、分析対象物質と類似の物質「サロゲート(Surrogate)」を秤量して抽出液に添加します。抽出処理に伴うサロゲートの濃度変化を基に対象物質の濃度変化を補正します。サロゲートはアントラセンなど安定な物質が使われます。

(4) 再沈について

再沈は、高分子と高分子以外の物質が「良溶媒」に溶解している溶液から、高分子と高分子以外の物質を分離する手法です。高分子と高分子以外の物質の溶液を「貧溶媒」に滴下すると、高分子が「貧溶媒」中で析出し、懸濁・沈殿します。この時、高分子以外の物質は貧溶媒に溶解しています。貧溶媒から懸濁・沈殿物をろ過することによって高分子と高分子以外を分離することができます。

なお、高分子と高分子以外の物質の溶液へ、貧溶媒を滴下することによって高分子を分離できる場合もあります。IEC62321はフタル酸エステル類を添加したPVCのTHF溶液にアセトニトリルを滴下してPVCを沈殿させています。