

RoHS 指令対応鉛フリーはんだ標準物質の開発

国際社会と生活の安全・安心に資する標準物質



野々瀬 菜穂子

のせ なおこ

naoko-nonose@aist.go.jp

計測標準研究部門

無機分析科

無機標準研究室

主任研究員

(つくばセンター)

専門は物理化学・分析化学で、アルゴン誘導結合プラズマ(ICP)中で生ずるさまざまなイオン-分子反応の機構解明とその抑制法に関する研究を行ってきました。その後、プラズマ分光分析法による、ファイナセラミックスや金属材料など無機材料中の微量元素分析法の開発や関連する標準物質の開発を行い、現在は、産地判別・年代測定などに有用なSIトレーサブルな同位体標準物質の開発を進めています。

関連情報:

● 参考文献

[1] M. Ohata and A. Hioki: *Anal. Sci.*, 29, 239-246 (2013).

[2] 野々瀬他: 第69回分析化学討論会講演要旨集 G2021, 149 (2008).

[3] A. Hioki et al.: *Metrologia*, Technical Supplement 08002 (2013).

● 用語説明

* ISO Guide 34:2009: 標準物質生産者の能力に関する一般要求事項

特定有害物質の規制

電気・電子機器中の特定有害物質の使用禁止令-いわゆるRoHS指令が発効して以降、さまざまな製品中に含まれる有害物質 (Cd、Hg、Pb、Cr (VI)、ポリ臭化ビフェニル、ポリ臭化ジフェニルエーテルなど) の含有量規制の動きが加速しています。産総研 計量標準総合センター (AIST/NMIJ) はこれに対応するため、ABS樹脂やポリ塩化ビニールなどプラスチック中の有害物質分析用の認証標準物質 (CRM) を開発してきました^[1]。引き続き、金属材料中の有害物質の測定にも関心がもたれていることから、鉛フリーはんだ中の鉛および金属成分分析用のCRM開発にも着手しました。はんだは SAC305 (Sn96.5Ag3Cu0.5) と呼ばれる汎用種であり、鉛含有量としてRoHS指令の閾値付近である950 mg/kg (高濃度) と200 mg/kg (低濃度) の2水準のCRMを作製しました。このCRMの形状は、図1に示すように直径約1 mm長さ約5 mmのチップ状で、1粒の質量は約40 mgです (一瓶25 g入り)。

一次標準測定法の高精度化

特性値の値付けは、2種類の分解法に、同位体希釈質量分析法 (一次標準測定法) と参照分析法を組み合わせた方法で行いました。鉛フ

リーはんだの分解は、通常、硫酸-硝酸分解法が用いられます。しかし、メタスズ酸の沈殿が生じやすいために酸の混合比には十分注意が必要です。そこでふっ化水素酸-硝酸分解法を比較検討したところ、安定な分解液が得られることがわかりました。図2は、ふっ化水素酸を含む分解液中の鉛同位体比を質量分析装置で測定するために、改良した耐ふっ化水素酸試料導入系 (Elemental Scientific ESI社が作製) の写真です^[2]。これによって後者の分解法による分解液でも、0.10 % よりも小さい相対標準偏差で同位体比を計測できるようになりました。

用途と国際的整合性

このCRMはISO Guide 34:2009*に基づいたマネジメントシステムの下で開発されています。主な用途は、分析方法や分析装置の妥当性確認です。このCRMは化学分析用ですが、専用試料ホルダーに敷き詰めて、蛍光X線分析用としても利用でき、幅広い用途が期待されます。またNMIJを含む3カ国が幹事所となって、認証前の鉛フリーはんだ試料を用いた物質質量諮問委員会国際比較^[3]を実施したところ、NMIJの分析結果はとて良好であったことから、このCRMはメートル条約下の国際相互承認協定に基づいた国際的な同等性が認められています。



図1 鉛フリーはんだチップ認証標準物質 (Pb 高濃度) Pbの認証値は949.2 mg/kg ± 12.8 mg/kg。±以降は包含係数2の拡張不確かさを表す。



図2 高精度同位体比測定用耐ふっ化水素酸試料導入系 鉛フリーはんだをふっ化水素酸-硝酸の混合酸で分解した溶液はとて安定であるが、質量分析装置へ直接導入できないため、耐ふっ化水素酸の試料導入系に改良。