

RoHS 指令対応の分析ガイドライン

Ver. 4.0

Analysis guideline for the RoHS Directive

Ver. 4.0

日立グループ 分析ガイドライン改定 WG

2018 年 3 月

目次

1	目的	2
1.1	改定の主旨	2
1.2	適用範囲	2
2	略語	3
3	RoHS 指令の概要	5
3.1	現行法の経緯と改正について	5
3.2	均質材料の解釈	6
4	分析方法と分析基本フロー	7
4.1	各分析装置の原理	7
4.2	分析手順フロー	20
4.3	サンプリング	22
5	分析方法	24
5.1	蛍光 X 線分析法によるスクリーニング分析	24
5.2	カドミウム、鉛、クロム、およびその化合物	26
5.3	水銀およびその化合物	28
5.4	六価クロムおよびその化合物	29
5.5	特定臭素系化合物 (PBB 類、PBDE 類)	33
5.6	フタル酸エステル類	36

RoHS 指令対応の分析ガイドライン

Ver. 4.0

Analysis guideline for the RoHS Directive Ver. 4.0

1 目的

1.1 改定の主旨

電気電子製品への特定有害物質含有を禁止する欧州 RoHS 指令 (Directive 2002/95/EC) が 2003 年 1 月に制定されたことを受けて、日立製作所環境本部 (現 CSR・環境戦略本部) は、日立グループの RoHS 指令への適合確認分析方法の指針であるこのガイドラインの初版を 2004 年 4 月に制定した。2004 年の段階では、RoHS 指令への適合確認を行う公定法は存在せず、各事業部や各関連会社では、この初版を参考にして分析方法や運用方法を検討し、取引先や顧客との摺り合わせにより独自に管理方法を設定してきた。

このような中で、IEC では、IEC/TC111/WG3 (Test Methods) において、2005 年から 2008 年まで電気電子機器に含有される特定化学物質の分析手順について標準化が検討され、その成果を反映させた IEC62321 が 2008 年 12 月に制定された。公定法となる規格制定により、日立グループの分析ガイドラインにおいても、IEC62321 と測定手順の整合性を図るとともに、運用上の指針として役立つために、分析方法の基本説明や先行事業部の事例紹介など内容を拡充して、2010 年 11 月に第 2 版に改定した。

その後、欧州では 2011 年 6 月に RoHS 指令が Directive 2011/65/EU に改正され、従来対象外であったカテゴリ 8 (医療関連機器) およびカテゴリ 9 (監視および制御機器) が新たに規制対象に追加されるとともに、カテゴリ 1~10 に入らないその他の電気電子機器としてカテゴリ 11 を新設することで、原則、すべての電気電子機器が対象となった。併せて、CE マーキングの適合宣言書および技術文書の作成、ならびに保管が義務付けられた。RoHS 指令の対象となる規制対象物質 (以下、制限物質と称する) については、2015 年 6 月に、Directive 2011/65/EU の Annex II を改定する Directive (EU)2015/863 により、制限物質に 4 種類のフタル酸エステル類が新たに追加されたところであり、今後も定期的に追加が行われる見通しである。

一方、IEC62321 も 2013 年 5 月の改定から、サンプリングガイドラインである PAS62596 を取り込んだ上で、概論、サンプリング、スクリーニング、詳細分析方法、または物質毎にパート分割されて発行されることになった。今後、新規追加が想定される制限物質に対する分析方法が順次発行される予定である。

このガイドラインは、2017 年 3 月に IEC62321 の Part 7-2 と Part 8 が発行されたのに伴い、IEC62321 との整合を図るとともに、運用上に必要な技術的な事項を加えて改定したものであり、電子機器の特定化学物質含有の低減化対策に活用されることで、特定有害物質汚染予防による環境の維持・改善および使用者の健康保全に資するものである。

1.2 適用範囲

このガイドラインは、電気・電子機器の構成部品中に含有するなどの特定化学物質の含有

量を分析する方法について規定するものであり、RoHS 指令の対象製品およびその構成部品を対象とする。

このガイドラインによって測定される含有量は、例えば、RoHS 指令が規定する閾値の判定に供することができる。

注記 このガイドラインの対応国際規格およびその対応の程度を示す記号を、次に示す。

IEC 62321 Ed. 1.0:2008 (b)、 Electrotechnical products – Determination of levels of six regulated substances (lead、 mercury、 cadmium、 hexavalent chromium、 polybrominated biphenyls、 polybrominated diphenyl ethers) (MOD)

なお、対応の程度を表す記号 (MOD) は、ISO/IEC Guide 21 に基づき、修正していることを示す。

2 略語

AAS	原子吸光分析法 (Atomic Absorption Spectrometry)
ABS	アクリロニトリルブタジエンスチレン (Acrylonitrile Butadiene Styrene)
AFS	原子蛍光分光法 (Atomic Fluorescence Spectrometry)
APCI	大気圧化学イオン化法 (Atmospheric pressure chemical ionization)
ASTM	米国材料試験協会 (American Society for Testing and Materials)
BL	基準以下 (Below Limit)
CCS	検量チェック標準 (Calibration Check Standard)
CI	化学イオン化 (Chemical Ionization)
CRM	認証標準物質 (Certified Reference Material)
CV-AAS	冷蒸気原子吸光分析法 (Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry)
CV-AFS	冷蒸気原子蛍光分析法 (Cold Vapor Atomic Fluorescence Spectrometry)
DecaBDE	デカ臭化ジフェニルエーテル (Decabrominated Diphenyl Ether)
DI	脱イオン水 (De-ionized (water))
DIN	ドイツ規格協会 (Deutsches Institut für Normung)
EDXRF	エネルギー分散型蛍光 X 線分析法 (装置) (Energy Dispersive X-ray Fluorescence)
EEE	電気・電子機器 (Electrical and Electronic Equipment)
EI	電子イオン化 (Electron Ionization)
EN	欧州規格 (European Norm)
EPA	米国環境保護局 (Environmental Protection Agency)
FEP	フッ化エチレンプロピレン共重合体 (Fluorinated Ethylene Propylene Copolymer)
FP	ファンダメンタルパラメータ (Fundamental Parameter)
FRU	フィールド交換可能ユニット (Field Replaceable Unit)
GC-MS	ガスクロマトグラフィー質量分析法 (装置) (Gas Chromatography-Mass Spectrometry)
GLP	優良試験所基準 (Good Laboratory Practice)
HDPE	高密度ポリエチレン (High-Density Polyethylene)

HPLC-UV	紫外線検出器付き高速液体クロマトグラフィー (High-Performance Liquid Chromatography-Ultra Violet)
HIPS	耐衝撃性ポリスチレン (High-Impact Polystyrene)
IAMS	イオン付着質量分析法 (Ion Attachment Mass Spectrometry)
IC	集積回路 (Integrated Circuit)
IC	イオンクロマトグラフ (Ion Chromatography)
ICP	誘導結合プラズマ (Inductively Coupled Plasma)
ICP-MS	誘導結合プラズマ質量分析法 (装置) (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry)
ICP-OES	誘導結合プラズマ発光分析法 (装置) (Inductively Coupled Optical Emission Spectrometry)
IEC	国際電気標準会議 (International Electrotechnical Commission)
IEC/TC111/WG3	(Test Methods) TC111 は、IEC の各 TC (Technical Committee ; 技術委員会) との緊密な連携のもとに、環境関連の基本的かつ製品横断的な基準や、技術レポートを含めて必要なガイドラインを作成する技術委員会。WG3 は、電気電子機器中の化学物質等の測定方法を検討するワーキンググループ (Working Group)
IS	内部標準 (Internal Standard)
JIS	日本工業規格 (Japanese Industrial Standard)
LLOD	検出下限 (Low Limits of Detection)
LOD	検出限界 (Limits of Detection)
MDL	分析法検出下限 (Method Detection Limit)
NMIJ	計量標準総合センター (National Metrology Institute of Japan)
NMP	N-メチルピロリドン (N-Methylpyrrolidone)
OctaBB	オクタ臭化ビフェニル (Octabromobiphenyl)
OctaBDE	オクタ臭化ジフェニルエーテル (Octabromo Diphenyl Ether)
OL	基準以上 (Over Limit)
PBB	ポリ臭化ビフェニル (Polybrominated Biphenyl)
PBDE	ポリ臭化ジフェニルエーテル (Polybrominated Diphenyl Ether)
PC	ポリカーボネート (Polycarbonate)
PCB	ポリ塩化ビフェニル (Polychlorinated Biphenyl)
PCT	ポリ塩化ターフェニル (Polychlorinated Terphenyl)
PCN	ポリ塩化ナフタレン (Polychlorinated Naphthalene)
PE	ポリエチレン (Polyethylene)
PFA	パーフルオロアルコキシ (Perfluoroalkoxy)
PFK	パーフルオロケロセン (Perfluorokerosene)
PFTBA	パーフルオロトリブチルアミン (Perfluorotributylamine)
PTFE	ポリテトラフルオロエチレン (Polytetrafluoroethylene)
PTV	プログラマブル昇温気化型注入口

	(Programmable Temperature Vaporization injector)
PVC	ポリ塩化ビニル (Polyvinyl Chloride)
PWB	プリント配線板 (Printed Wiring Board)
Py-TD-GC-MS	加熱分解・脱着ガスクロマトグラフィー質量分析法 (装置) (Pyrolysis / Thermal Desorption Gas Chromatography Mass Spectrometry)
注記	本ガイドラインでは、分析試料を加熱分解せずに測定を実施することから「熱脱離ガスクロマトグラフィー質量分析法 (装置)」表記で統一する。
QA	品質保証 (Quality Assurance)
QC	品質管理 (Quality Control)
SIM	選択イオンモニタリング (Selected Ion Monitoring)
TD(G)-AAS	加熱気化-金アマルガム-原子吸光分析法 (Thermal Decomposition - Gold amalgamation - Atomic Absorption Spectrometry)
TD-MS	熱脱離質量分析計 (装置) (Thermal Desorption Mass Spectrometry)
THF	テトラヒドロフラン (Tetrahydrofuran)
WDXRF	波長分散型蛍光 X 線分析法 (装置) (Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence)
XRF	蛍光 X 線 (X-ray Fluorescence)

3 RoHS 指令の概要

3.1 現行法の経緯と改正について

欧州では 2003 年 2 月に公布された RoHS 指令 (Directive 2002/95/EC) の施行により、電気電子機器 (EEE) に含まれる特定有害物質の使用制限に関する規制の施行が 2006 年 7 月から始まった。その後、大幅改正された改正版 (Directive 2011/65/EU) が 2011 年 7 月に公布され、実質的施行が 2013 年 1 月 (各国国内法の制定期限) より始まり、現在に至る。

(改正前を RoHS1、改正後を RoHS2 と称す)

規制の対象である電気電子機器 (EEE) とは、大きくは「交流 1000 ボルト、直流 1500 ボルトを越えない定格電圧で使用するよう設計された機器」を指し、10 の特定製品群 (カテゴリー 1~10) と、カテゴリー 1~10 に入らないその他の全製品 (カテゴリー 11) の計 11 のカテゴリーに区分している。本指令による規制は、当初カテゴリー 1~7 および 10 (家電機器、通信機器、照明装置、電動工具、玩具、自動販売機等) に対して始まったが、改正により 2014 年~2017 年の間にカテゴリー 8 および 9 (医療機器、監視および制御機器等) が順次規制対象に加わり、さらに 2019 年 7 月以降は、カテゴリー 11 も含む全ての電気電子製品 (本指令にて“電気・電子機器 (EEE)”と定義されるもの) が規制対象になる。

一方、制限物質は、規制開始当初は鉛、水銀、カドミウム、六価クロム、ポリ臭化ジフェニル (PBB)、ポリ臭化ジフェニルエーテル (PBDE) の 6 種で始まったが、2019 年 7 月より 4 種類のフタル酸エステル類が新たに追加されることが決まっており、今後更に規制物質の数を増やすことも検討されている。

また、本指令では、技術的に禁止が不可能な項目に関しては、除外を認めている。しかし、この除外は、欧州においてその適用継続可否が定期的に審議されており、技術の進歩に伴い除外からはずれ、規制がかかるケースもでてきている。加えて、4 種類のフタル酸エステルのように、欧州 REACH 規則の認可対象物質であるが故に当初から除外が認められる可能性

が非常に低いケースもある。

更に、諸外国で本指令を概ね模倣した類似法を新たに適用する動きがあり、欧州のみならずその他の一部の国でも、本指令と同様の規制対応を求められるケースが増えている。

3.2 均質材料の解釈

3.2.1 含有する化学物質質量の分母と分子の定義

3.2.1.1 化学物質質量測定の方母質量定義

均質材料（同一素材）の質量とし、複合材料等は下記に準拠する。

表 3.1 複合材料の方母の定義

	複合材料	分母の定義
1	化合物、アロイ、合金など	均質材料とする。
2	塗料、接着剤、インク、ペースト等の原材料	それぞれの想定される使用方法によって最終的に形成されるものを均質材料とする。 (例：塗料、接着剤においては乾燥または硬化後の状態。)
3	塗装、印刷、めっきなどのシングルまたはマルチレイヤ	各々の単一層を均質材料とする。 (亜鉛めっきクロメート処理の場合は、亜鉛めっき層とクロメート処理層のそれぞれを均質材料とする。)

3.2.1.2 化学物質質量測定の方分子質量定義

表 3.2 化学物質の方分子の定義

	化学物質	分子の定義
1	金属および金属化合物	金属元素の質量
2	金属および金属化合物以外	当該化学物質の質量

4. 分析方法と分析基本フロー

4.1 各分析装置の原理

4.1.1 蛍光 X 線分析装置 (図 4.2、4.4)

蛍光 X 線分析装置では、樹脂や金属に含まれる有害元素(カドミウム、鉛、クロム、水銀、臭素)を比較的簡便に測定できる。

- ・ 蛍光 X 線 (XRF) とは?

原子 (元素) に X 線 (一次 X 線、固有 X とも称す) を照射すると内殻軌道上の電子は外側にはじき出され、空の軌道が生まれる。そこにエネルギーレベルの、より高い外殻軌道の電子が落ちてくるが、このとき両軌道のエネルギー差に相当する X 線が放出される。これを蛍光 X 線という (特性 X 線 (固有 X 線とも称す) の一種)。(図 4.1)

この蛍光 X 線は、元素ごとに固有の値 (波長、強度) を持っていることから、これを測定し、物質 (元素) の定性・定量を行う方法を蛍光 X 線分析法という。

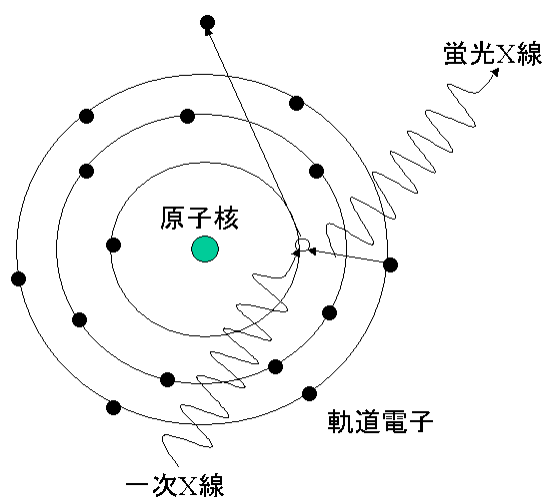


図 4.1 蛍光 X 線の発生

蛍光 X 線分析装置は、検出器および検出方法の違いにより、エネルギー分散型分析装置 (EDXRF) と波長分散型分析装置 (WDXRF) の 2 通りがあるが、一般的には、小型になる EDXRF (図 4.2、4.3) が使われることが多い。



(株)日立ハイテクサイエンス EA1000VX

図 4.2 蛍光 X 線測定装置

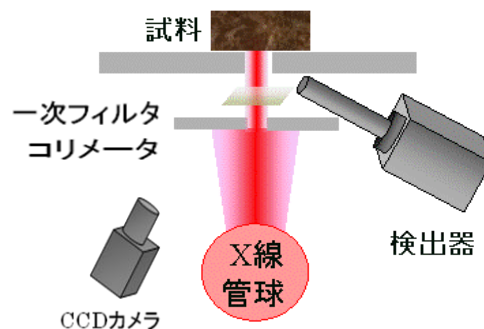


図 4.3 蛍光 X 線装置の概念図

また、含有成分元素の効率的なスクリーニングを行う場合、サンプルの測定部分の画像を取り込むと同時に蛍光X線分析をスキャンしながら行い、測定面の元素分布情報を得る方法がある。図4.5～4.7にその測定事例を示す。面情報として、多種の化学物質の分布情報が得られるため、画像と照らし合わせることで、規制物質の存在を確認することができる。また、箇所が特定できることから、除外項目か否かの判断も容易になる。これらの情報は、図4.4に示すような、元素マッピング機能を備えたエネルギー分散型蛍光X線分析装置(EDXRF)により得られる。



(株)日立ハイテクサイエンス EA6000VX

図 4.4 元素マッピング可能な蛍光 X 線装置

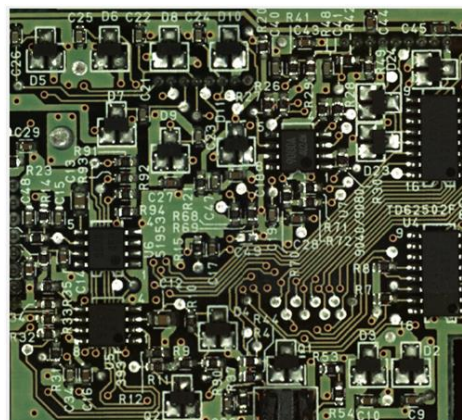


図 4.5 試料画像



図 4.6 鉛元素マッピング

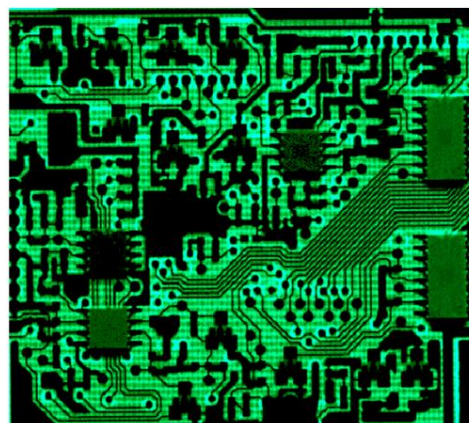


図 4.7 酸素元素マッピング

4.1.2 原子吸光分光光度計 (図 4.9)

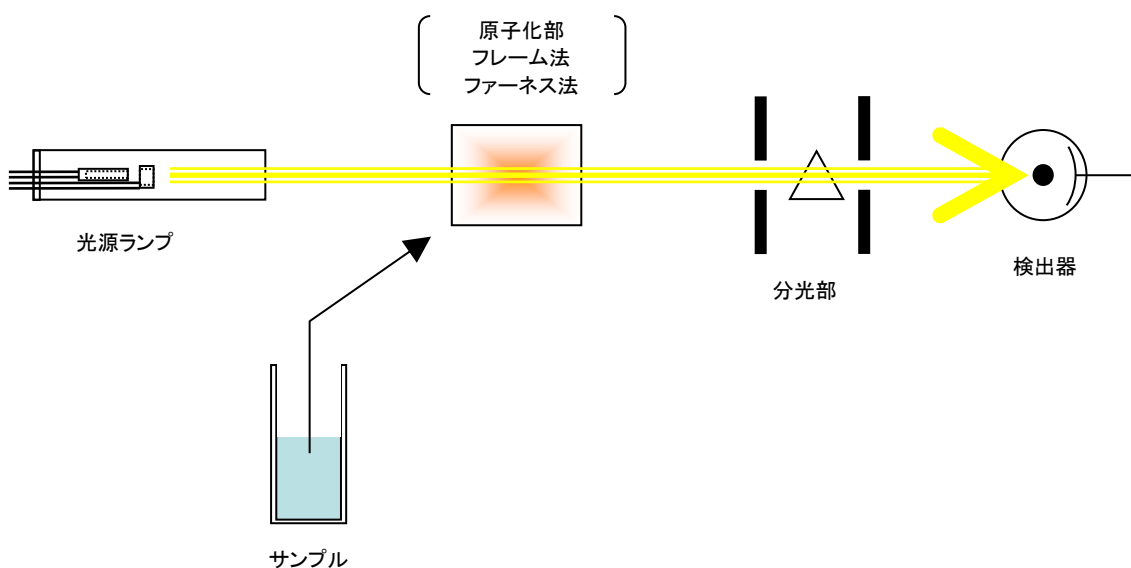


図 4.8 原子吸光光度計の原理図

原子吸光 (げんしきゅうこう) は、原子に光を照射したときに、元素固有の幅の狭い吸収スペクトルを示す現象を言う。

原子吸光分析法 (AAS : Atomic Absorption Spectrometry) は、液体試料に高い温度の熱 (多くはアセチレン-空気の燃焼炎中や電気加熱した黒鉛炉中にて) を加えて原子化し、そこに光を照射して原子吸収スペクトルを測定することで、試料中の元素の定量を行うものである。本分析法は特定の元素に対して高い選択性を示すため、工場排水中有害金属元素規制値の測定など、多くの分野で無機質分析の公定法として採用されている。

AAS のスペクトル幅はきわめて狭いため、光源としては目的元素に特化した吸収波長の光を発するホローカソードランプを用いなければならない。したがって、特定の元素に対して高い選択性を示す一方で、測定したい元素の数だけランプを用意する必要がある。なお、一本のホローカソードランプで複数元素の吸収波長の光を発する複合ランプもある。

ランプの経時変化やサンプル中に混入する目的元素以外の共存物質の分光干渉を避ける手段としてバックグラウンド補正が利用される。感度は燃焼炎 (フレイム) を利用するフレイム法 (図 4.10) より黒鉛炉を用いるファーネス法 (図 4.11) のほうが優れている。



(株)日立ハイテクサイエンス ZA3000

図 4.9 原子吸光分光光度計



図 4.10 フレイム法

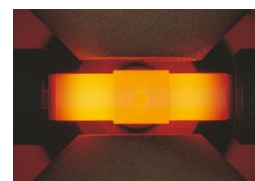


図 4.11 ファーネス法

4.1.3 ICP 発光分析装置 (図 4.13)

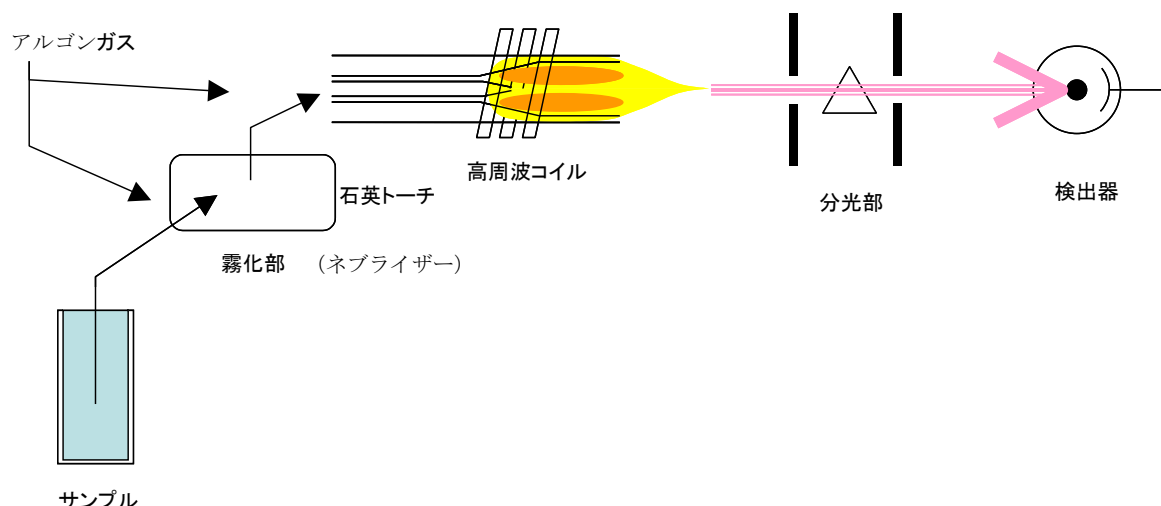


図 4.12 ICP 発光分析装置の原理図

ICP は誘導結合プラズマ (Inductively Coupled Plasma) の略称で、高周波の電磁場によって発生するプラズマである。そのしくみを概略すると次のようになる。図 4.12 に示す石英のプラズマトーチ管周囲の高周波コイルに高周波電流を流すと電磁誘導によってトーチ管内に高周波の電磁場が発生する。この磁場はトーチ管内に存在する電子の運動を高め、管内に導入したアルゴンガスはその活発化した電子と衝突してアルゴンイオンと電子に電離してプラズマを発生する。さらにアルゴンから電離した電子は同様に別のアルゴンガスを電離するという連鎖を引き起こすため、トーチ管内の高温プラズマ発生状態が維持される。発光分析の励起源光源となる ICP は、外周にコイルを巻いた三重管構造の石英ガラス管に流すアルゴンガスを、電離させることによって安定して点灯するドーナツ状高温プラズマ光源である。

ICP 発光分析法 (ICP-OES : ICP-Optical Emission Spectrometry) では、一般に溶液サンプルをポンプや自然吸引で吸い上げ、ネブライザーによって霧化して ICP に導入する。導入されたサンプルは熱エネルギーを吸収して加熱分解し、ほとんどが原子化・励起・イオン化される。励起状態の原子やイオンの電子が基底状態などに戻る際に放出される光は、サンプルに含まれる元素からの固有の発光線 (図 4.14) であり、分光器部にて各波長に分けられ、検出器で検出される。

ICP 発光分析法においては、サンプルに含まれる多くの元素が同時に原子化・励起され発光するため、原子吸光と異なり一度にあるいは連続的に何種類もの元素を分析することができ、定性分析が可能である。感度はファーンズ法の原子吸光法より劣るが、広いダイナミックレンジをもち定量分析でも活躍する。



(株)日立ハイテクサイエンス PS3500DDII
図 4.13 ICP 発光分光分析装置



図 4.14 プラズマ炎

4.1.4 ICP 質量分析装置 (図 4.16)

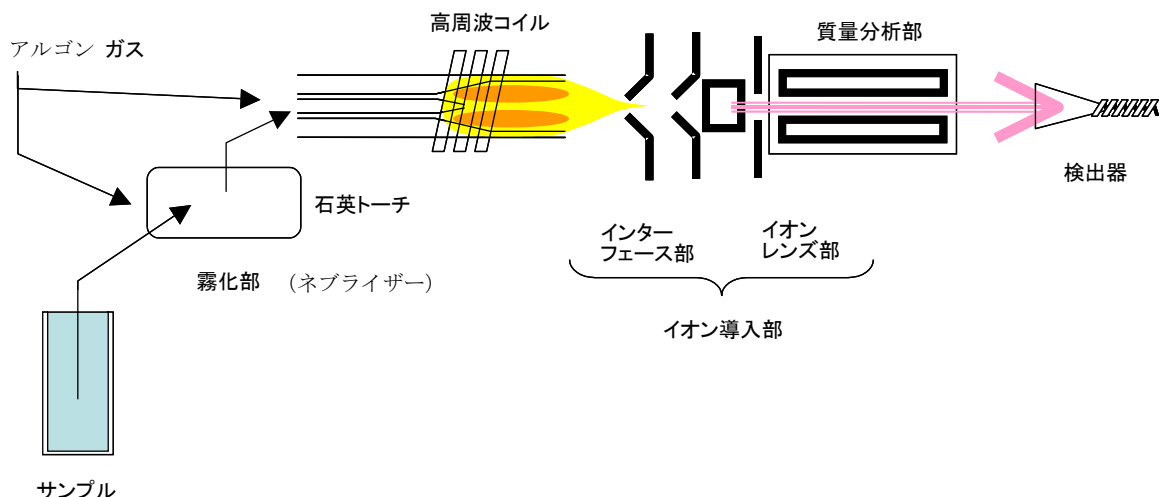


図 4.15 ICP 質量分析装置の原理図

ICP 質量分析法 (ICP-MS : ICP - Mass Spectrometry) では、ICP 発光分析法と同様に溶液サンプルをポンプや自然吸引で吸い上げ、ネブライザーによって霧化して ICP に導入する。導入されたサンプルは熱エネルギーを吸収して加熱分解し、ほとんどが原子化・励起・イオン化される。大気圧下のプラズマ中で生成されたサンプルの元素イオンは、インターフェースと呼ばれる細孔(通常サンプリングコーン、スキマコーンの二種類)を通して真空チャンバに導入される。イオンは真空領域でイオンレンズを用いて収束され、さらに質量分析部で分離後、検出器に入射する。



(株)日立ハイテクサイエンス SPECTRO MS (SPECTRO 社製)

図 4.16 DCD 同時型 ICP 質量分析装置

ICP 質量分析法の質量分析部には四重極型が多く用いられているが、高性能機として二重収束型も用いられる。二重収束型には高分解能タイプと多元素同時分析タイプがある。ICP 質量分析法は、一度に何種類もの元素を定性・定量分析することが可能で、これに加え、同位体分析ができるなど優れた特長を有している。感度が非常に高く、原子吸光分析法 (4.1.2 項参照) や ICP 発光分光法 (4.1.3 項参照) と比べて検出下限が 2~3 桁低く、超微量分析の分野で威力を発揮する。

4.1.5 ガスクロマトグラフ質量分析装置 (図 4.18)

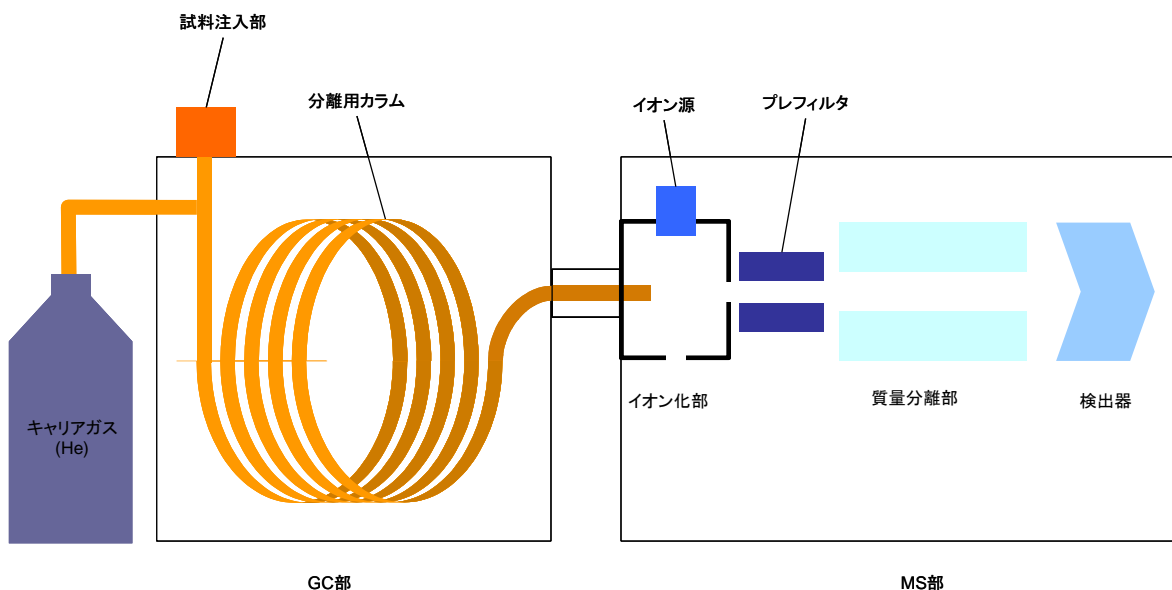


図 4.17 ガスクロマトグラフ質量分析装置の原理図

ガスクロマトグラフ質量分析装置 (GC-MS) は、主に有機化合物の定性・定量を目的とした分析装置である。

図 4.17 に示すように混合物試料をガスクロマトグラフ (GC) 部で分離し、質量分析 (MS) 部では分離された成分をイオン化、質量分離し MS スペクトルを測定することにより成分の定性を行い、検出されたイオン強度により定量を行う。臭素化難燃剤の分析では ppm～ppb レベルでの検出が可能である。

a) 試料注入部

オートサンプラや熱分解装置など様々な前処理装置と組み合わせることで、気体・液体・固体サンプルの注入が可能になる。注入部自体もスプリット/スプリットレス、温度プログラム機能などがあり、前処理装置との組合せで様々なアプリケーションに対応することができる。

b) 分離用カラム

図 4.19 に示すように、パックドカラムとキャピラリーカラムに大別される。内径 0.25～0.53mm のキャピラリー管の内側にポリジメチルシロキサンやポリエチレングリコール等の固定相を化学結合させたキャピラリーカラムが主に用いられている。GC-MS 分析においては、より分離能が高い内径が細くて長いカラムでバックグラウンドの少ない微量分析が可能なキャピラリーカラムが一般的に使われている。

c) イオン化部

試料分子に熱したフィラメントから放出される熱電子を衝突させることでイオン化する EI (Electron Ionization、電子イオン化) 法、メタンガスなどを予め EI 法でイオン化しておき、ここに試料を導入することで試料分子との間で電荷交換反応を起しイオン化する CI (Chemical Ionization、化学イオン化) 法等がある。GC-MS では EI 法が一般的で、試料のフラグメント情報が得られやすいという特徴から、市販のデータベースを用いた「目的物検索」と言った手法も多く用いられる。

d) 質量分離部

イオンを 4 本の電極内に通し、電極に高周波電圧を印加することで目的とするイオンのみを通過させる四重極型(Quadrupole、Q)が多く普及している。比較的安価であり、また高速走査ができ定量レンジも広いことがメリット。

イオンを電極で囲まれたトラップ室に保持し、この電位を変化させることで選択的にイオンを放出することで分離を行うイオントラップ型(Iontrap、IT)は分解能も高く、イオンを解裂させ生じたフラグメントを分析する MS/MS という手法が可能で、より詳細な構造解析が可能。

これらの他にも、より高感度、高分解能の三連四重極型(Triple Q)、飛行時間型(TOF: Time of Flight)、二重収束型などがある。



(株)日立ハイテクサイエンス SCION SQ 456GC(SCION 社製)

図 4.18 ガスクロマトグラフ質量分析装置

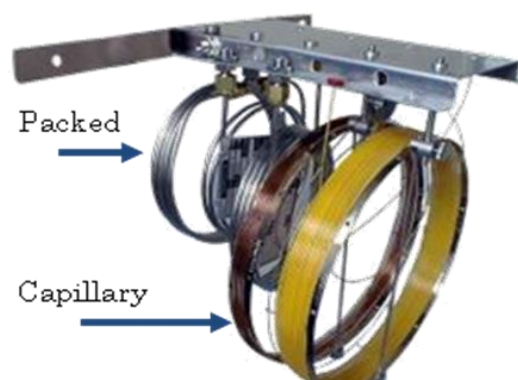
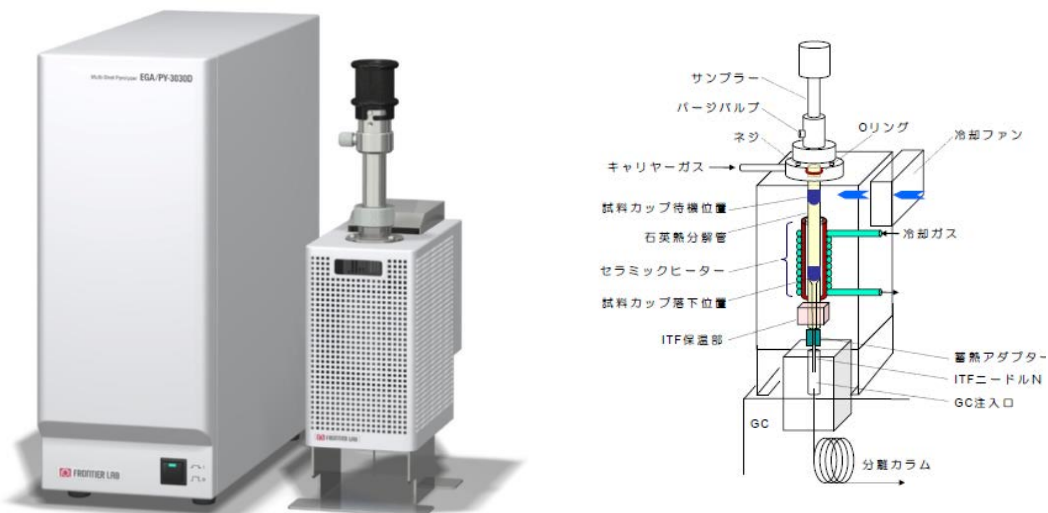


図 4.19 パックドコラムおよび
キャピラリーコラム

4.1.6 熱脱離ガスクロマトグラフィー質量分析装置（図 4.20）

熱脱離ガスクロマトグラフィー質量分析装置（Py-TD-GC-MS）は、GC-MS の試料注入部に、前処理装置として加熱装置（パイロライザー）を接続し、固体試料を加熱することで揮発する有機化合物を GC-MS に導き、成分を同定し半定量を行うことができる装置である。



フロンティア・ラボ(株) マルチショット・パイロライザー EGA/PY-3030D

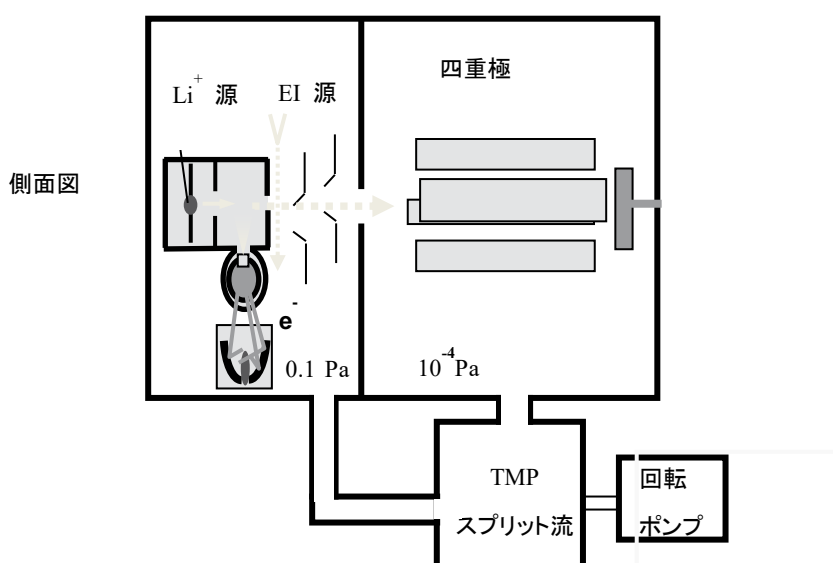
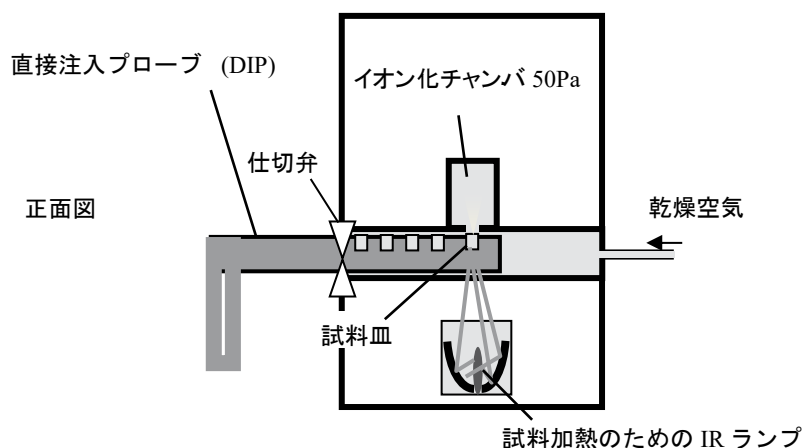
図 4.20 加熱装置（パイロライザー）の例

4.1.7 イオン付着質量分析計（図 4.21）

イオン付着質量分析計（IAMS）は、Py-TD-GC-MS から分離部であるガスクロマトグラフを除いた装置構成であり、Py-TD-GC-MS と同様に測定試料を特別な前処理なしで簡便に測定することでき、かつ、Py-TD-GC-MS と比較して大幅に測定時間を短縮することが可能である。

但し、測定試料中に目的成分と同分子量を持つ異性体や夾雑成分が存在する場合、目的成分と夾雑成分の質量ピークが重なり合う。目的成分を正しく定量するにはこの合算ピーク強度から夾雑成分を差し引くなどの留意が必要である。

IAMS 装置はイオン付着源を備えた質量分析計で Li^+ エミッターを有する Li^+ 付着反応チャンバからなる。さらに 350°C までのプログラム加熱機能を備えた直接導入プローブ（DIP）と結合される。熱脱着試料分子（M）が反応チャンバ内で Li^+ との付加物（ $\text{M}+\text{Li}^+$ ）を形成し、これらの付加物は選択イオンモニタリング経由で、質量分析計によって測定される。



出典：IEC62321-8:2017 付属書 E

図 4.21 IAMSの機器例

4.1.8 熱脱離質量分析計 (図 4.23)

熱脱離質量分析計 (TD-MS) も、Py-TD-GC-MS から分離部であるガスクロマトグラフを除いた装置構成であり、Py-TD-GC-MS と同様に測定試料を特別な前処理なしで簡便に測定することで、かつ、Py-TD-GC-MS と比較して大幅に測定時間を短縮することが可能である。

但し、測定試料中に目的成分と同分子量を持つ異性体や夾雑成分が存在する場合、目的成分と夾雑成分の質量ピークが重なり合う。目的成分を正しく定量するにはこの合算ピーク強度から夾雑成分を差し引くなどの留意が必要である。

TD-MS の装置構成は IAMS と同様に、(1) 試料加熱部 (2) イオン化部 (3) 質量分析部 より構成されるが、IAMS との相違点はイオン化部に大気圧化学イオン化法 (APCI) を採用し、イオン付着法と同様にプロトン (H^+) 付加の分子イオンを得ることができる。

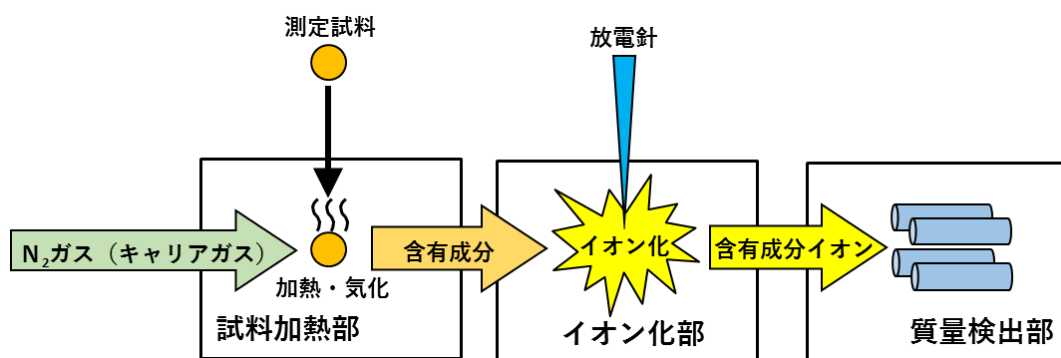
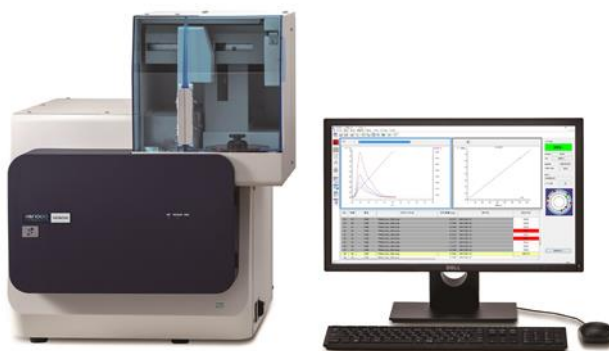


図 4.22 加熱脱離質量分析計の装置構成図



(株)日立ハイテクサイエンス HM1000

図 4.23 加熱脱離質量分析計

4.1.9 液体クロマトグラフ (図 4.25)

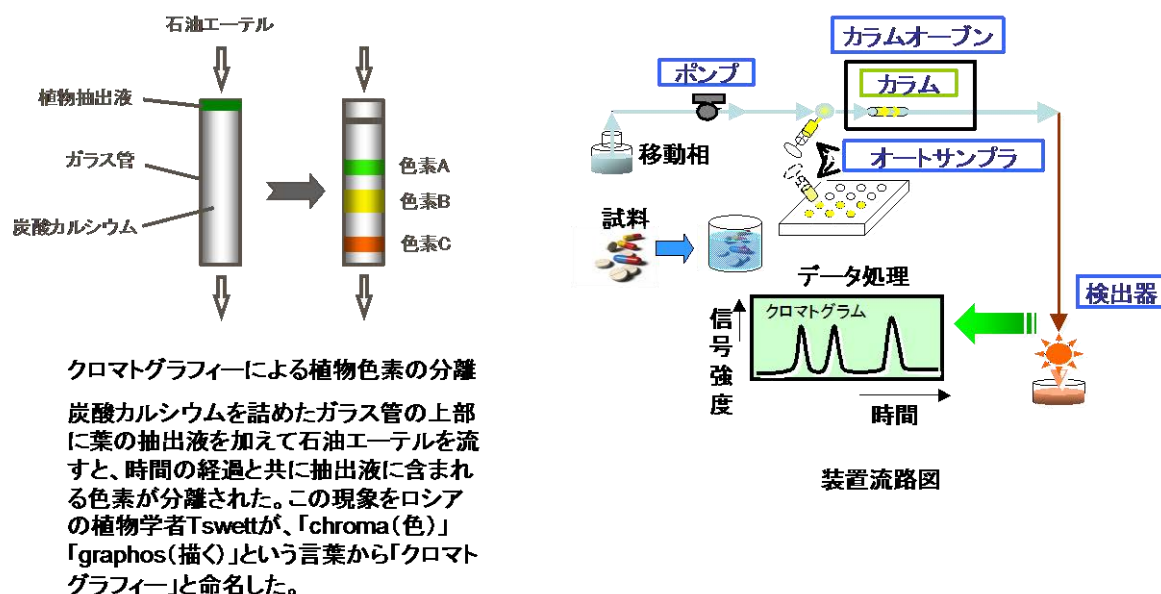


図 4.24 液体クロマトグラフの原理図

クロマトグラフィーは、図 4.24 に示すように細かい充填剤を詰めたカラムを用いて、試料中の成分を分離する技術である。分離には試料を移動させる移動相と、分離の場となる固定相（カラム）が必要である。試料は移動相により固定相内に送られる。固定相に親和力が強い成分は固定相から溶出する時間が遅れ、親和力が弱い成分ほど早く溶出する。このように試料中の各成分の、固定相に対する性質の違いを利用して成分を分離する。固定相から溶出した成分は検出器で検出され、クロマトグラムとして記録される。

一定の条件では同一成分は同じ時間に溶出する。したがって標準試料の溶出時間と試料中の成分の溶出時間を比較して、時間が一致すれば同じ成分であると判断する。また、成分濃度は溶出したピークの面積に比例するため、標準試料で検量線を作成して定量を行う。

装置には、移動相にガスを用いる「ガスクロマトグラフ」(4.1.5 項参照) と、液体を用いる「液体クロマトグラフ」の 2 種類がある。

液体クロマトグラフは次のモジュールで構成されている。(図 4.24)

- ・ポンプ：移動相を送液 圧力変動なく一定流量で送液できることが重要
- ・サンプラ：試料を流路内に注入 マニュアル/オートタイプから選択可能
- ・カラムオープン：カラムを一定温度に保ち、溶出時間のズレを防止
- ・検出器：カラムから溶出した成分を検出し、電気信号に変換
- ・データ処理：検出器の信号を受け、定量計算後、レポートを作成

主に無機イオンの分離に用いられる「イオンクロマトグラフ」は液体クロマトグラフの一種で、イオン交



(株)日立ハイテクノサイエンス Chromaster

図 4.25 液体クロマトグラフ

換樹脂を充填したカラムを用いてイオンを分離し、電気伝導度検出器により検出して定量を行う。

4.1.10 分光光度計 (図 4.27)

分光光度計の測光原理を図 4.26 に示す。代表的な分光光度計においては、光源として紫外領域に重水素放電管、可視領域にハロゲンランプを用いる。それぞれのランプは使用する波長に応じて、切り替えて使用する。近年では、光源寿命の観点から、キセノンフラッシュランプを光源とする分光光度計が市販されている。キセノンフラッシュランプは、ハロゲンランプや重水素放電管に比べて寿命が長く、紫外領域から可視領域にかけて一つのランプで測定できる利点がある。

測定を行う際の基本原理は以下のようなになる。光源から測定に用いる波長の光を回折格子によって単色光に分光し、試料に入射（試料への入射光強度： I_0 ）させる。試料はセルに入れて装置に設置する。試料を透過した光の強度（ I ）を光電子増倍管やシリコンフォトダイオード等の検出器で検出する。分光光度計ではこれを透過率もしくは、吸光度に演算し表示する機能を有している。一般には固体試料の測定時に透過率を、溶液試料の測定時に吸光度を使用する。透過率（%T）は I_0 、 I を用いて式 1 によって算出する。式 2 はブーグの法則もしくはランバートの法則の名称として知られる式で、吸光度 A と試料濃度 c の関係が示されている。

$$\%T = (I / I_0) \times 100 \quad \dots (式 1)$$

$$A = \log_{10} (I_0 / I) = \epsilon c l \quad \dots (式 2)$$

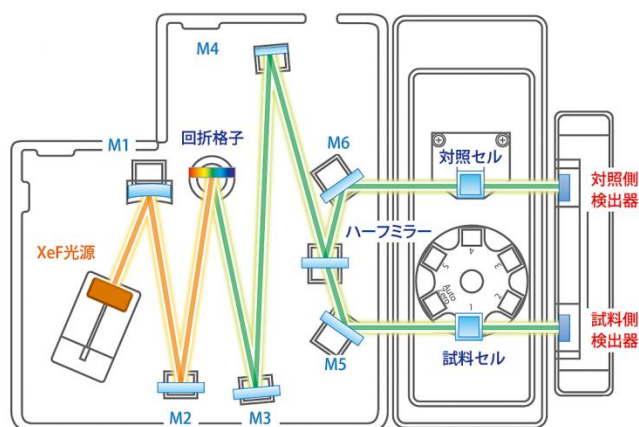


図 4.26 分光光度計の装置概要とその測光原理



(株)日立ハイテクサイエンス
ダブルビーム分光光度計 UH5300

図 4.27 分光光度計

4.2 分析手順フロー

電気・電子機器中の規制物質の濃度を定量する分析手順フローを図 4.28 に示す。

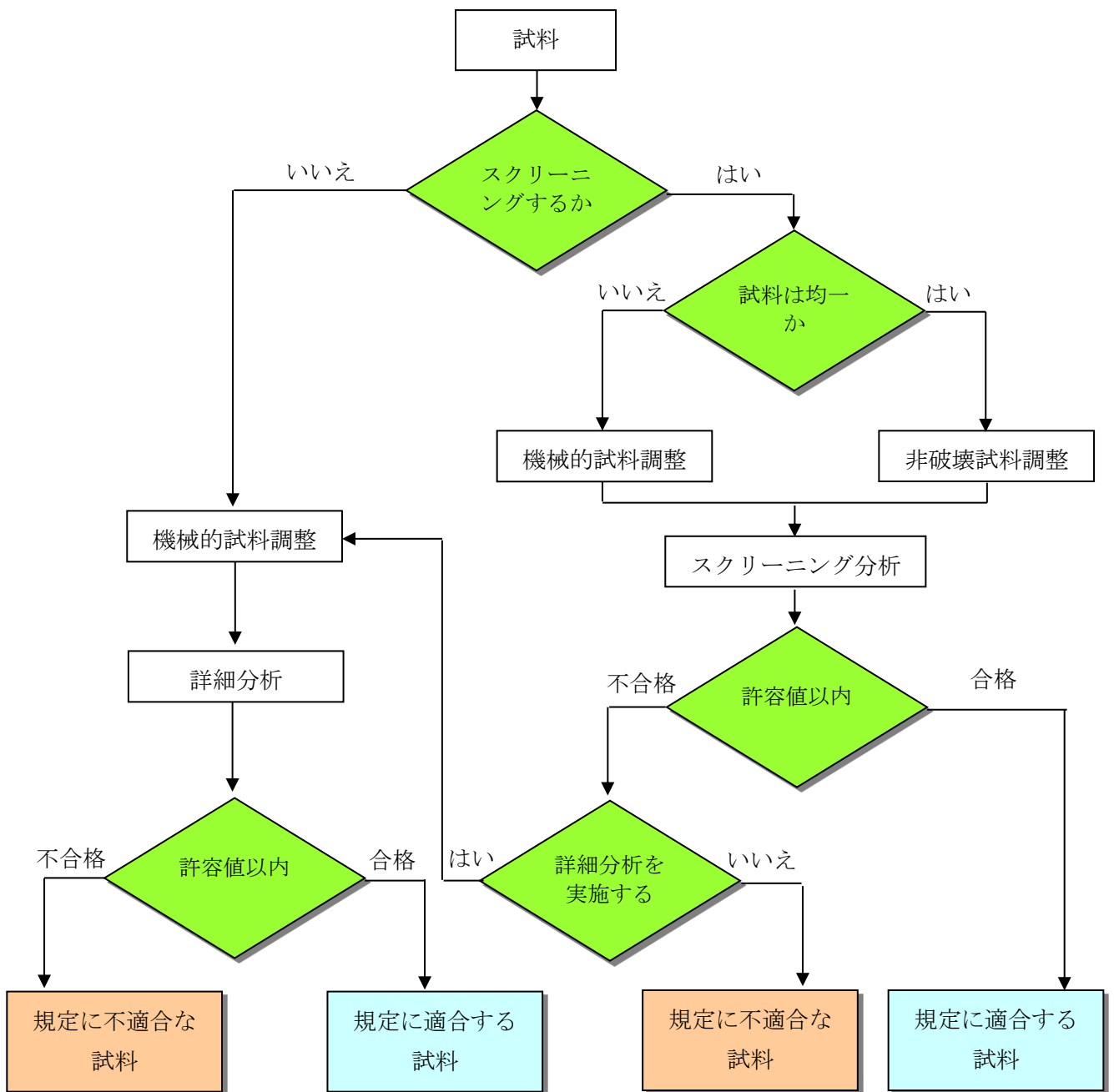


図 4.28 分析手順のフローチャート

(出典 ; IEC62321:2008)

スクリーニング分析手順は試料をそのまま測定する(非破壊試料調製)か、または試料を破壊し均一化して(機械的試料調製)測定する。どちらかを採用するかは試料の材質、大きさ、形状等で判断する。

スクリーニング分析方法は蛍光 X 線分析法(エネルギー分散型蛍光 X 線分析 (EDXRF) または波長分散型蛍光 X 線分析(WDXRF))で行なう。スクリーニング分析手順は管理された状態で実施する必要がある。試料形状、材質等で分析精度が大きく変動することを考慮し、分析対象試料ごとに許容値を決める必要がある。

詳細分析の手順については表 4.1 に示す。

表 4.1 詳細分析手順の概要

工程	物質	ポリマ	金属	電子部品 (PWB/構成部品)
機械的試料調製	—	直接測定 粉砕	直接測定 粉砕	直接測定 粉砕
化学的試料調製	—	マイクロ波分解 酸分解 乾式灰化 溶媒抽出	マイクロ波分解 酸分解	マイクロ波分解 酸分解 溶媒抽出
分析法	PBB、PBDE	GC-MS	適用外	GC-MS
	Cr(VI)	アルカリ分解/ 比色法	スポットテスト/ 熱水抽出法	アルカリ分解/ 比色法
	Hg	CV-AAS、ICP-MS、ICP-OES、CV-AFS		
	Pb、Cd	AAS、ICP-OES、ICP-MS		

(出典 IEC62321:2008)

4.3 サンプリング

4.3.1 サンプリングの手順

サンプリングに関しては、IEC62321-2/Ed.1:2013 を参考にして実施する。

まず、サンプリングの実施にあたっては、IEC62321-2/Ed.1:2013「4.4 サンプリングに関する戦略」に示されるように、最大限の情報を入手し、分析調査の方針を決める必要がある。

図 4.29 に比較的多くのケースに適用できると考えられる一般的手順を示す。

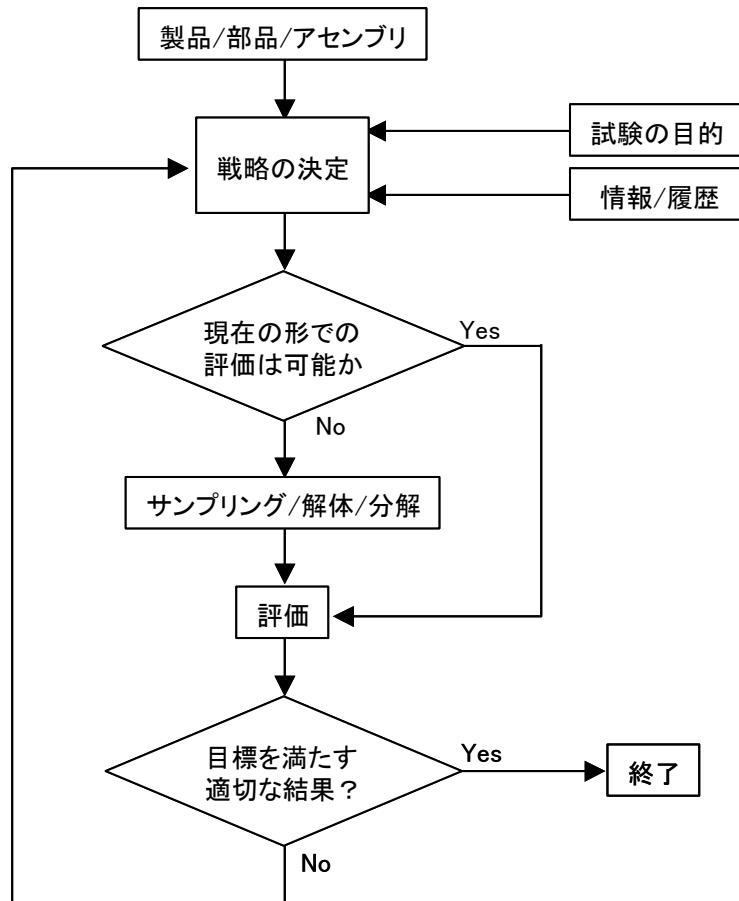


図 4.29 サンプリングの一般的反復基準

(出典 IEC62321-2/Ed.1:2013)

収集する情報としては、

- a) 製品/部品/アセンブリの組み合わせ状況、均質物質レベルでのサンプリングおよび分析の現実性。
- b) 規制物質と許容値の把握
- c) 除外項目の有無
- d) 製品構成部品/アセンブリ/材料について材料表などの基本情報の有無
- e) 製品の材料申告書の有無
- f) 製品もしくは類似製品の評価実績
- g) 材料部品における夾雑物の存在情報
- h) スクリーニング分析の履歴
- i) 構成部品、材料サプライヤーにおけるプロセス管理実績

j) 構成部品、材料サプライヤーにおいて懸念される履歴の有無などがあげられ、これらの情報により、サンプリングの範囲、頻度などを絞り込む必要がある。

また、図 4.29 に示した反復基準は、次のようなステップで適時進められると考えられる(IEC62321-2/Ed.1:2013「5.3 部分分解」参照)。5.3～5.6を参照し、段階的に分析作業を進め、効率的な調査をすることが必要となる。

4.3.2 サンプリングおよび解体に関する考慮事項

(IEC62321-2/Ed.1:2013「5.7 サンプリングおよび解体に関する考慮事項」参照)

4.3.2.1 必要なサンプルサイズ (IEC62321-2/Ed.1:2013 5.7.2 参照)

IEC62321 シリーズで定義している最小サンプル量は、次の内容である。

a) XRF による分析

厚さ、mm 範囲内(計器および形状に依存する)

b) 水銀

0.5 g (検出下限値 < 5 mg/kg の場合)

c) 鉛およびカドミウム(同時実施)

0.5 g (検出下限値 < 50 mg/kg の場合)

1g (検出下限値 < 5 mg/kg の場合)

d) PBB 類および PBDE 類

100 mg (同属物質当たり検出下限値 < 100mg/kg の場合)

e) 六価クロム

1) 高分子材料および電子機器について 0.1～0.15g (検出下限値<15mg/kg の場合)

2) 金属のクロメートコーティングについて 50cm² (検出下限値<0.02mg/kg の場合)

f) フタル酸エステル類

0.2～0.5mg (スクリーニング分析の場合)

4.3.2.2 均一でない均質な材料 (IEC62321-2/Ed.1:2013 5.7.5 参照)

機械的に解体はできないが、均一な化学組成を持っていない部品または構成部品は、現在の製品含有化学物質規制の中で個別の化学組成ごとに含有管理を求められる。この場合、分析・計測だけでこれを担保するのは、困難を極める。

この場合、設計値をベースに管理の基準を設定し、この基準値を現場で管理するなどの工夫が必要となる。

5. 分析方法

5.1 蛍光 X 線分析法によるスクリーニング分析

IEC62321-3-1/Ed.1:2013 に準拠し、蛍光 X 線分析法 (XRF) によるスクリーニング分析を行う。試料を切断などの前処理を行って得られた均質材料について蛍光 X 線分析法 (XRF) によるスクリーニング分析を行い、5 つの元素、すなわち鉛 (Pb)、水銀 (Hg)、カドミウム (Cd)、全クロム (Cr)、全臭素 (Br) の含有の有無およびオーダーを把握する。

a) 適用範囲

高分子材料、金属材料、セラミック材料

b) 分析装置

- － エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 (EDXRF)
- － 波長分散型蛍光 X 線分析装置 (WDXRF)

c) 前処理

非破壊的アプローチと破壊的アプローチがあり、試料により適宜選択する。例えば、試料の表面にめっき、塗装等が施されている場合はこれを剥離・除去し、下地を露出させて測定する。(破壊的アプローチ)

d) 分析方法

使用する装置により最適条件が異なる。そのため、各装置メーカーの推奨条件または分析機関における確立した条件に設定し、分析を行う。個々の分析に推奨される蛍光 X 線の例を下表に示す。(IEC62321-3-1/Ed.1:2013 より抜粋)

表 5.1 各分析対象成分に推奨される蛍光 X 線

分析対象成分	第一推奨線	第二推奨線
鉛 (Pb)	L ₂ -M ₄ (Lβ ₁)	L ₃ -M _{4, 5} (Lα _{1, 2})
水銀 (Hg)	L ₃ -M _{4, 5} (Lα _{1, 2})	—
カドミウム (Cd)	K-L _{2, 3} (Kα _{1, 2})	—
クロム (Cr)	K-L _{2, 3} (Kα _{1, 2})	—
臭素 (Br)	K-L _{2, 3} (Kα _{1, 2})	K-M _{2, 3} (Kβ _{1, 3})

原則として、試料は測定領域を完全に覆わなければならない。また、試料の厚さは、高分子材料およびアルミニウムなどの軽合金は 5mm 以上、その他の金属等は 1mm 以上であることが望ましい。この厚さに満たない場合は複数重ねて分析を実施する。

得られた結果より検量線法、ファンダメンタルパラメータ法 (FP 法) などにより、含有濃度を算出する。(分析装置のソフトウェアにより自動計算されるものが一般的である。)

続いて結果の不確かさを推定し、その結果を材料中の分析対象成分の最大許容濃度と比較する。

スクリーニングの判定基準を下表に示す。(IEC62321-3-1/Ed.1:2013 Annex A より抜粋)

表 5.2 スクリーニングの判定基準

単位：mg/kg (ppm)

元素	高分子類	金属類	複合材料
カドミウム (Cd)	$BL \leq (70 - 3\sigma) < X$ $< (130 + 3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (70 - 3\sigma) < X$ $< (130 + 3\sigma) \leq OL$	$LOD < X$ $< (150 + 3\sigma) \leq OL$
水銀 (Hg)	$BL \leq (700 - 3\sigma) < X$ $< (1300 + 3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (700 - 3\sigma) < X$ $< (1300 + 3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (500 - 3\sigma) < X$ $< (1500 + 3\sigma) \leq OL$
鉛 (Pb)	$BL \leq (700 - 3\sigma) < X$ $< (1300 + 3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (700 - 3\sigma) < X$ $< (1300 + 3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (500 - 3\sigma) < X$ $< (1500 + 3\sigma) \leq OL$
臭素 (Br)	$BL \leq (300 - 3\sigma) < X$	Not applicable	$BL \leq (250 - 3\sigma) < X$
クロム (Cr)	$BL \leq (700 - 3\sigma) < X$	$BL \leq (700 - 3\sigma) < X$	$BL \leq (500 - 3\sigma) < X$

X：グレーゾーン、

BL：Below Limit（基準以下）、OL：Over Limit（基準以上）、

LOD：Limit of detection（検出下限）

注記 3σ は管理基準における分析装置の繰り返し精度を表す。ここでの σ は許容値に近い規制物質の含有量を測定する際の標準偏差とする。

【高分子類中のカドミウム分析例】

ポリエチレン（PE：Polyethylene）標準物質（日立ハイテクサイエンス製 Cd 100 ppm）を用いた場合、PE 中の Cd：100 ppm の 3σ は 5 ppm（装置 EA1000VX、測定時間 100 秒、10 回測定）であった。

この場合、65（ $=70-5$ ）ppm 以下が基準以下(BL)となり、135（ $=130+5$ ）ppm を超えると基準以上（OL）となる。65 ppm を超え 135 ppm までがグレーゾーンとなり、ICP 等の詳細分析が必要になる。

【金属類中のカドミウム分析例】

黄銅標準物質 GBR6（住友金属テクノロジー製 Cd 136 ppm）を用いた場合、黄銅中の Cd：136 ppm の 3σ は 20 ppm（装置 EA1000VX、測定時間 100 秒、10 回測定）であった。

この場合、50（ $=70-20$ ）ppm 以下が基準以下（BL）となり、150（ $=130+20$ ）ppm を超えると基準以上（OL）となる。50 ppm を超え 150 ppm までがグレーゾーンとなり、ICP 等の詳細分析が必要になる。

【複合材料中のカドミウム分析例】

アンチモン（Sb）が 2%含有かつ臭素（Br）不含有の場合（Annex A Table A.1 参照）

PE の Cd の検出下限（LOD）は 3 ppm。（装置 EA1000VX、測定時間 100 秒、10 回測定）

基準以下（BL）の定義は無い。マトリックス効果により予想される検出下限（LOD）は PE の 2 倍となるため、 3σ は 10（ $=5 \times 2$ ）ppm とする。6 ppm を超え 160（ $=150 + (5 \times 2)$ ）ppm までがグレーゾーンとなり、ICP 等の詳細分析が必要になる。160 ppm を超えると基準

以上 (OL) となる。

5.2 カドミウム、鉛、クロム、およびその化合物

IEC62321-5/Ed.1:2013 に準拠して定量分析を行う。

試料を酸で溶解し、その溶解液を ICP 発光分析法 (ICP-OES)、または ICP 質量分析法 (ICP-MS)、または原子吸光分析法 (AAS) のいずれかの方法を用いて、標準溶液にて作成した検量線により定量する。本項でのクロムは全クロムであり、六価クロムの定量は IEC62321-7-1/Ed.1:2015 および IEC62321:2008 に準拠して行う。

注記 前処理で硫酸を使用する場合、鉛については硫酸塩の沈殿が析出するため注意すること。

5.2.1 樹脂中のカドミウム、鉛、クロム、およびその化合物

a) 適用範囲

樹脂中におけるカドミウム、鉛、クロム、およびその化合物の定量分析

b) 分析装置

1) 誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP-OES)

対象元素の発光強度を測定する。

2) 誘導結合プラズマ質量分析装置 (ICP-MS)

対象元素の質量/電荷 (m/z) と信号強度を測定する。

3) 原子吸光分析装置 (AAS)

対象元素の吸光度を測定する。

c) 前処理

1) 機械的試料調製

測定部位を代表する平均的な試料を採取する。

採取した試料を、IEC62321-2/Ed.1:2013 に準拠した手順に従って、選択する分析方法に適した大きさに切断および粉碎する。その後、四分法などにより偏りのない試料を採取する。

2) 試験溶液の調製

IEC62321-5/Ed.1:2013 に準拠する。試料中の共存元素により使用する酸の種類が異なるため、IEC 規格を確認すること。

i) 乾式灰化法 (IEC62321-5/Ed.1:2013、7.1.2 項)

試料に硝酸、硫酸などを加え、加熱分解する。

ii) 湿式分解法 (酸分解法 IEC62321-5/Ed.1:2013、7.1.3 項)

硫酸、硝酸、ふっ化水素酸、過酸化水素、ホウ酸などによる分解

試料中の鉛が硫酸鉛などの生成により損失するおそれがあるため、この方法は鉛の定量には適さない。

iii) 密閉系酸分解法 (密封系の酸分解 IEC62321-5/Ed.1:2013、7.1.4 項)

特殊ふっ素樹脂製の分解容器に試料と硝酸、過酸化水素水などを加え、マイクロウェーブを照射して分解する。マイクロウェーブ分解法とも称す。

いずれの方法も、試料残渣がある場合、それを遠心分離機またはフィルターで分

離する。残渣を適切な測定法でチェックし、対象元素がないことを確認する。

また、ふっ素系樹脂試料は、難分解性で分解温度が高いため、前処理過程で対象物質の昇華飛散等が発生し、精度の確保が難しいため、適用しない。

d) 分析方法

IEC62321-5/Ed.1:2013 に準拠する。

検量線法、または内標準法、または標準添加法を用いて検量線を作成し、試料溶液中の各々の物質濃度を測定した後、固体試料中のそれぞれの濃度を算出する。

5.2.2 金属材料中のカドミウム、鉛、およびその化合物

a) 適用範囲

金属材料中のカドミウム、鉛、およびその化合物の定量分析

b) 分析装置

1) 誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP-OES)

対象元素の発光強度を測定する。

2) 誘導結合プラズマ質量分析装置 (ICP-MS)

対象元素の質量/電荷 (m/z) と信号強度を測定する。

3) 原子吸光分析装置 (AAS)

対象元素の吸光度を測定する。

c) 前処理

1) 機械的試料調製

測定部位を代表する平均的な試料を採取する。

採取した試料を、IEC62321-2/Ed.1:2013 に準拠した手順に従って、選択する分析方法に適した大きさに切断および粉碎する。その後、四分法などにより偏りのない試料を採取する。

2) 試験溶液の調製

IEC62321-5/Ed.1:2013 に準拠する。

i) 湿式分解法

硫酸、硝酸、塩酸、ふっ化水素酸、過酸化水素、りん酸などによる分解する。

ii) 密閉系酸分解法 (マイクロウェーブ分解法)

特殊ふっ素樹脂製の分解容器に試料と酸を加え、マイクロウェーブを照射し分解する。

試料残渣がある場合、残渣を適切な測定法でチェックし、対象元素がないことを確認するか、または酸溶解後に別の溶解方法 (アルカリ融解による分解またはマイクロウェーブ分解) で完全に溶解し、この溶液を酸溶解溶液に加えて試験溶液とする。

d) 分析方法

IEC62321-5/Ed.1:2013 に準拠する。

検量線法、または内標準法、または標準添加法を用いて検量線を作成し、試料溶液中の各々の物質濃度を測定した後、固体試料中のそれぞれの濃度を算出する。

5.2.3 ガラス、セラミック（電子機器）中のカドミウム、鉛、クロム、およびその化合物

a) 適用範囲

ガラス、セラミック（電子機器）中のカドミウム、鉛、クロム、およびその化合物の定量分析

b) 分析装置

1) 誘導結合プラズマ発光分析装置（ICP-OES）

対象元素の発光強度を測定する。

2) 誘導結合プラズマ質量分析装置（ICP-MS）

対象元素の質量/電荷（m/z）と信号強度を測定する。

3) 原子吸光分析装置（AAS）

対象元素の吸光度を測定する。

c) 前処理

1) 機械的試料調製

測定部位を代表する平均的な試料を採取する。

採取した試料を、IEC62321-2/Ed.1:2013 に準拠した手順に従って、選択する分析方法に適した大きさに切断および粉碎する。その後、四分法などにより偏りのない試料を採取する。

2) 試験溶液の調製

IEC62321-5/Ed.1:2013 に準拠する。

i) 湿式分解法

硫酸、硝酸、塩酸、ふっ化水素酸、過酸化水素、りん酸などによる分解する。

ii) 密閉系酸分解法（マイクロウェーブ分解法）

特殊ふっ素樹脂製の分解容器に試料と酸を加え、マイクロウェーブを照射して分解する。

試料残渣がある場合、残渣を適切な測定法でチェックし、対象元素がないことを確認するか、または酸溶解後に別の溶解方法（アルカリ融解による分解またはマイクロウェーブ分解）で完全に溶解し、この溶液を酸溶解溶液に加えて試験溶液とする。

d) 分析方法

IEC62321-5/Ed.1:2013 に準拠する。

検量線法、または内標準法、または標準添加法を用いて検量線を作成し、試料溶液中の各々の物質濃度を測定した後、固体試料中のそれぞれの濃度を算出する。

5.3 水銀およびその化合物

IEC62321-4/Ed.1:2013 に準拠して定量分析を行う。

試料を酸で溶解し、その溶解液を加熱気化または還元気化による原子吸光分析法（AAS）、または ICP 発光分析法（ICP-OES）、または ICP 質量分析法（ICP-MS）のいずれかの方法を用いて、標準溶液にて作成した検量線により定量する。または、試料の湿式前処理が不要で試料を直接測定可能な加熱気化-金アマルガム-原子吸光法（TD(G)-AAS）を用いて定量する。

注記 水銀は揮発性が高いので、還流冷却器やマイクロウェーブ加熱分解装置などの使

用により損失を防ぐ。

a) 適用範囲

高分子材料、金属材料、電子部品中に含有する水銀の定量分析

b) 分析装置

- － 加熱気化または還元気化による原子吸光分析法（AAS）
- － 誘導結合プラズマ発光分析法（ICP-OES）
- － 誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS）
- － 加熱気化-金アマルガム-原子吸光分析法（TD(G)-AAS）

c) 前処理

1) 機械的試料調製

測定部位を代表する平均的な試料を採取する。

採取した試料を、IEC62321-2/Ed.1:2013 に準拠した手順に従って、選択する分析方法に適した大きさに切断および粉碎する。その後、四分法などにより偏りのない試料を採取する。

2) 試験溶液の調製

IEC62321-4/Ed.1:2013 に準拠する。

i) 還元気化法（湿式分解法）

還流冷却器付分解フラスコを用い、硫酸、硝酸、過マンガン酸カリウム等で分解させる。

ii) 密閉系酸分解法（マイクロウェーブ分解法）

特殊ふっ素樹脂製の分解容器に試料と酸を加え、マイクロウェーブを照射して分解する。

試料残渣がある場合、それを遠心分離機またはフィルターで分離する。残渣を適切な測定法でチェックし、対象元素がないことを確認する。

iii) 加熱気化-金アマルガム法

秤量した試料を直接サンプルポートにセットし、予め決められた加熱分解条件で試料から水銀を発生させ、特殊な水銀捕集管に金アマルガムとして水銀のみ濃縮し、妨害成分を除去後、再加熱し気化した水銀を原子吸光法で測定する。

d) 分析方法

IEC62321-4/Ed.1:2013 に準拠する。

検量線法、または内標準法を用いて検量線を作成し、試料溶液中の各々の物質濃度を測定した後、固体試料中のそれぞれの濃度を算出する。

5.4 六価クロムおよびその化合物

金属表面の六価クロムについては、2015年に制定された IEC62321-7-1/Ed.1:2015「金属試料の無色および着色防食皮膜中の六価クロムの確認試験」に準拠して表面積あたりの検出量から定性的な評価を実施する。

また、高分子材料（ポリマ）および電子機器中の六価クロムについては 2017年に制定された IEC62321-7-2/Ed.1:2017「比色法によるポリマおよび電子機器中の六価クロムの定量方法」に準拠して定量的な評価を実施する。

5.4.1 金属試料の無色および着色防食皮膜中の六価クロムの確認試験

IEC62321-7-1/Ed.1:2015 に準拠する。

a) 適用範囲

金属試料の無色および着色防食皮膜中の六価クロムの確認試験

b) 分析装置

分光光度計

c) 前処理

1) 表面の洗浄

試料表面の汚染、油膜、指紋などの汚れを、溶剤を湿らせた清浄で柔らかいワイプで拭き取るか、適切な溶剤を用いて洗浄して除去する。35°C以上で強制的に乾燥することやアルカリ処理は不可とする。また、高分子材料で塗装されている場合は、粒度800のサンドペーパーで防食皮膜を除去しないように研磨し、高分子材料層のみ除去する。

2) 試験溶液の調製（沸騰水抽出法）

試料の表面積を $50 \pm 5 \text{ cm}^2$ とし 50 ml の沸騰水で 10 分間抽出する。

試料の表面積が $50 \pm 5 \text{ cm}^2$ に満たない場合には、複数個の試料で合計 50 cm^2 としても良いが、少なくとも表面積は 25 cm^2 以上とする。（その際の抽出する沸騰水の液量は、 1 cm^2 当り 1 ml とする。）

沸騰水を用いる試験では、試料および容器が高温となるため取り扱いには十分注意する。

d) 分析方法

他の特定有害物質と異なり、作成した検量線から試料溶液中の六価クロム濃度を測定するのではなく、一定濃度の試料中の吸光度（ $0.10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ および $0.13 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 相当）と比較し、下記表 5.3 にて六価クロムの適合・不適合を判定する。

ジフェニルカルバジド吸光光度法

発色させた試料溶液の吸光度を測定する。

形状が複雑な試料の場合には、寸法と形状から表面積を推定する。

（平頭皿ねじの場合は、ねじ本体とねじ頭のそれぞれの推定表面積を合計する
IEC62321-7-1/Ed.1:2015 の本文中にねじの表面積の算出方法が例示されている。）

表 5.3 六価クロム評価基準

吸光光度法による六価クロム濃度	定性的な評価結果
$< 0.10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 相当	適合と見なす
$0.10 \sim 0.13 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 相当	判定保留のグレーゾーン 可能であれば、試料表面を再度 3 回測定し 平均値にて評価する
$0.13 \mu\text{g}/\text{cm}^2 <$ 相当	不適合と見なす

e) RoHS 指令等を遵法するための考え方（補足説明）

RoHS 指令など製品含有化学物質規制の多くは、均質材料単位での重量比で規制を実施しており、金属試料の無色および着色防食皮膜中の六価クロムに関して、同様の定量管理が要求される。よって、IEC62321-7-1/Ed.1:2015 では記載されていないが、各規制を担保するための考え方を以下補足する。

まず、図に金属試料表面の防食皮膜イメージを示す。現在、RoHS 指令など製品含有化学物質規制では、図中に示した 3 つの各層ごとに規制される物質の不含有を確認する必要がある。

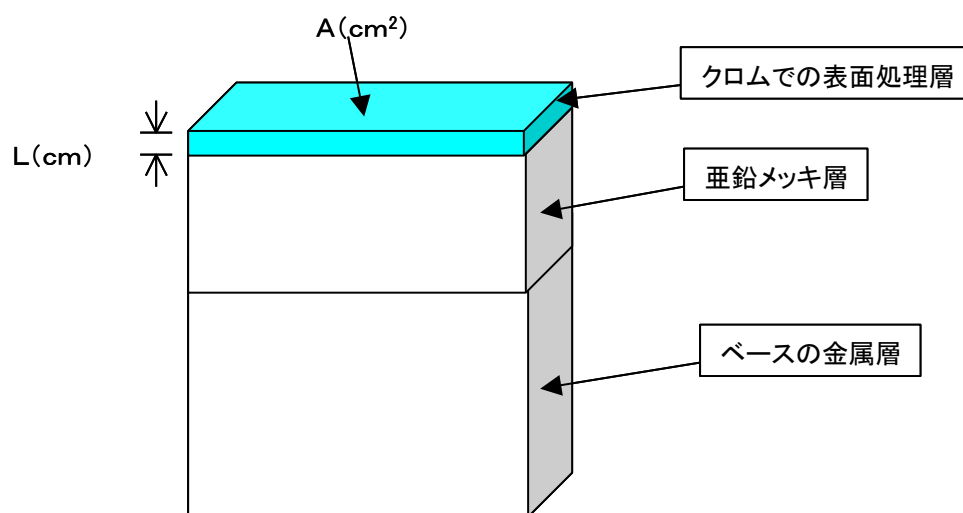


図 5.1 金属試料表面の防食皮膜イメージ

不含有を証明するためには、いくつかの考え方があるが、ここでは次の 4 つを提示する。

- 1) 全クロムが入っていないことを証明する。
- 2) 三価のクロムを利用した防食表面処理などとは別にクロムを利用していない表面処理および無垢の金属材の場合は、蛍光 X 線分析などを使用し、全クロムが存在しないことを証明する。
- 3) クロム表面処理層の全クロム量を分母として評価する。

上記 2) で、不含有が証明できない場合、クロムでの表面処理層を酸で溶解し、単位面積あたりの全クロム量を定量。この値を分母とし、a)～b) で定量した値との比から六価クロム濃度を担保する。

暫定六価クロム濃度 (wt%)

$$= \text{単位面積からの六価クロム溶出量 (g)} / \text{単位面積あたりの全クロム量 (g)}$$

このとき、単位面積あたりの全クロム量 (g) は、クロム処理層の重量よりも小さいことが予想される。したがって、ここで言う、暫定六価クロム濃度 (wt%) が、規制値よりも低ければ、十分規制値を担保することができる。

- 4) クロム表面処理層の膜厚さと見かけ比重（設計値）から分母を算出し評価する。
上記 3) でも担保できない場合、次の方法で、検討確認する。

まず、クロム表面処理層の厚さをL (cm)、サンプルの面積をA (cm²)としたとき、クロム表面処理層の重量W (g)は、次のように示される。

$$W = A \cdot L \cdot d$$

(このとき、dはクロム表面処理層の見かけ比重 (g/cm³))

このWを分母に使用し、a)~b)で定量した値との比から六価クロム濃度を担保する。

六価クロム濃度 (wt%)

単位面積からの六価クロム溶出量 (g) / W (g)

ここで、Lおよびdの設計値もしくは検査値等をメーカーより入手する。

一般的に実施されているクロムの防錆表面処理は、膜厚 0.2~0.5μm程度に仕上げられているケースが多い。また、見かけ比重に関しては、一般的に2~5程度の値といわれている。クロムの真比重が7.19g/cm³であることから、見かけ比重がこの値よりも大きくなることはありえない。膜厚、見かけ比重ともに防錆処理を実施したメーカーに設計値もしくは検査値等の情報提供を依頼することが賢明である。

5.4.2 高分子材料（ポリマ）および電子機器中の六価クロム

IEC62321-7-2/Ed.1:2017 に準拠する。

a) 適用範囲

高分子材料（ポリマ）および電子機器中の六価クロムの定量方法

b) 分析装置

分光光度計

c) 前処理

1) 機械的試料調製

試験にはステンレス鋼を含まない装置と容器を用いる。測定部位を代表する平均的な試料を採取・粉砕し、250μmのふるいを通過する微粉とする。

2) 試験溶液の調製

下記のいずれかの方法による。

i) 可溶性ポリマ中のCr(VI)の抽出—ABS(アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン)、PC(ポリカーボネート)及びPVC(ポリ塩化ビニル)の場合

試料をNMPに溶解させ、Cr(VI)はアルカリ性抽出溶液により抽出する。

器具： 一般的な分析器具の他、80~85℃の温度を維持できる超音波洗浄槽

ii) 不溶性/未知のポリマ及び電子機器中の場合（アンチモンSb不含有）

試料を150~160℃でトルエン/アルカリ性溶液中で分解させる。その後有機層（トルエン）と水層（アルカリ性溶液）に分離し、Cr(VI)分析のため水層を保持する。

器具： 一般的な分析器具の他、150~180℃で分解溶液を維持できる加熱装置またはマイクロ波分解装置

注記： トルエン/アルカリ性溶液中での分解において、150~160℃を維持できな

ければ、分解不十分のために測定結果が過小になる。完全に分解するために攪拌、混合を十分に行い、有機層への試料の分散、有機層や水層の着色の変化などを確認すること。

d) 分析方法

検量線法を用いて検量線を作成し、試料溶液中の六価クロム濃度を測定した後、固体試料中の濃度を算出する。

ジフェニルカルバジド吸光光度法

発色させた試料溶液の吸光度を測定する。

分析装置：分光光度計

e) 添加回収試験

この試験法は比較的強いマトリックス効果にさらされるため、添加回収試験を実施する。添加回収率の許容範囲は50～125%であり、逸脱する場合は再分析を行う。添加回収率が50～75%の場合は回収率に従い結果を補正し、75～125%の場合は補正しない。

5.4.3 その他留意する事項

上記の IEC62321-7-1/Ed.1:2015 および IEC62321-7-2/Ed.1:2017 の試験方法では、記載が不十分な部分もあるので、下記の試験方法も参考とする。

- － JIS H8625:1993 附属書2 (熱水抽出法)
- － JIS K0400-65-20:1998 (ジフェニルカルバジド吸光光度法)
- － EPA 3060A (温アルカリ抽出法)
- － EPA 7196A (ジフェニルカルバジド吸光光度法)

5.5 特定臭素系化合物 (PBB類、PBDE類)

5.5.1 燃焼-イオンクロマトグラフィーによる全臭素のスクリーニング分析

IEC62321-3-2/Ed.1:2013 に準拠し、ポリマおよび電子部品内の全臭素のスクリーニングを行う。切断、粉碎等によって得られた均質試料を燃焼装置や燃焼フラスコ等を用いて完全燃焼し、発生したガスを吸収液に捕集する。吸収液中の臭化物イオン濃度をイオンクロマトグラフで定量し、濃度を把握する。

a) 適用範囲

ポリマおよび電子部品

b) 分析装置

イオンクロマトグラフ

c) 前処理

1) 機械的試料調製

サンプリングは IEC62321-2/Ed.1:2013 に従い実施する。測定する部位を代表する平均的な試料を採取する。採取した試料は選択する分析方法に適した大きさに切断および粉碎する。その後、四分方などにより隔たりのない試料を採取する。

固体試料はハサミ等を使用して、3mm×3mm 以下のサイズに切断する。液体試料は使用するピペットを使用する試料で2～3回共洗いした後に採取する。

2) 試料の燃焼処理

サンプルポートに 1~100mg の試料を 0.1mg の桁まで量り取り、指定した燃焼プログラムに従い、燃焼する。燃焼炉および吸収液条件の例を表 5.4 に示す。(IEC62321-3-2/Ed.1:2013 Annex F より抜粋)

表 5.4 燃焼炉および吸収液条件

パラメーター	条件
燃焼炉温度	900 ~ 1100 °C
酸素ガス流量	400 ml/min
アルゴンガス流量	200 ml/min
加湿量	0.01 ~0.04 ml/min
吸収液量	10 ~ 20 ml

燃焼後に煤や試料粒子の残存など不完全燃焼の形跡がみられる場合は、試料が完全に燃焼するまで、燃焼プログラムを繰り返す。

試料がフラックスや溶ダペーストなどの難燃性試料の場合、酸化タンゲステンなどの助燃材と共に燃焼する必要がある。

燃焼の際に発生するガスを吸収液に捕集し測定溶液とする。(吸収液は過酸化水素を 900mg/kg 程度含有する水溶液などを使用する。)

燃焼法には、他に酸素ポンプ燃焼法や酸素フラスコ燃焼法を用いることもできる。目安として酸素ポンプ燃焼法は臭素を 0.025g/kg 以上、酸素フラスコ燃焼法は 0.25g/kg 以上含有している試料に適用できる。(IEC62321-3-2 Annex A、 IEC 62321-3-2 Annex B 参照)

d) 分析方法

イオンクロマトグラフを用いて臭化物イオン濃度を測定する。検量線法、または内標準法により検量線を作成し、試料溶液中の臭化物イオン濃度を測定した後、固体試料中のそれぞれの濃度を算出する。測定した試料溶液中の臭化物イオン濃度が検量線範囲を超える場合には、範囲内となるよう超純水で希釈し再度測定する。

5.5.2 特定臭素系化合物 (PBB類、PBDE類)

IEC 62321-6 /Ed. 1.0:2015に準拠して定量分析を行う。

PBB類 とPBDE類 の定量には、ポリマをソックスレー抽出法で分離し、ガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC-MS) で分析する。

a) 適用範囲

ポリマ中のPBB類 とPBDE類 の定量分析

b) 分析機器

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS)

キャピラリーカラムを質量分析検出器 (電子イオン化、EI) に接続したガスクロマトグラフを分析に使用する。質量分析検出器は、選択イオンモニタリングが可能な、質量範囲の上限が1000 m/z 以上のものにする。

c) 前処理

試料は、液体窒素温度での冷凍粉碎などにより、抽出前に試料を粉碎し、500 μ mふるいを通り抜けるように調製する。

この試料100mgをトルエンなどの溶媒を用いソックスレー抽出器にて抽出する。試料は円筒濾紙に入れ、丸底フラスコに60mLの溶剤にて2時間以上抽出する。抽出時間が短くなると分析対象成分、特により高い分子量のPBDEの回収率は、その分低くなる傾向があるので、注意を要する。

d) 分析方法

定量分析のための検量線は、標準溶液を用いて等間隔の濃度の溶液を5点以上調製し、そのピーク面積の測定値に基づき定量する。各標準溶液は、PBB、PBDEの各同族体およびサロゲート標準をIEC62321-6/Ed.1:2015に従い管理するものとする。

e) 本分析における基本的な注意事項

- 1) ブランク値を下げるため、すべてのガラス器具とグラスウールを最低30分間、450 $^{\circ}$ Cで不活性化する。抽出と分析中の紫外線によるPBDEの分解（脱臭素化）を防ぐため、できれば茶色のガラス器具を使用する。茶色のガラス器具がない場合は、アルミニウムホイルを使って光線を遮る。
- 2) XRFで定量した臭素量が0.1%の範囲を大幅に上回る場合は、試料量を調整して分析を実施するか、または内部標準を添加する前に適切に希釈した抽出液を使用して分析を繰り返す。



資料提供：(株)日立パワーソリューションズ

図 5.2 ソックスレー抽出器

5.6 フタル酸エステル類

IEC62321-8:2017「電気・電子機器中における特定物質（ポリマ中のフタル酸エステル類）の定量」に準拠してRoHS指令対象物質DIBP、DBP、BBP、DEHP 4物質のフタル酸エステル類を対象とする。

表5.5 RoHS指令対象のフタル酸エステル類

物質名	略称	化学名	CAS No.
フタル酸ジイソブチル	DIBP	Diisobutyl phthalate	84-69-5
フタル酸ジブチル	DBP	Di-n-butyl phthalate	84-74-2
フタル酸ブチルベンジル	BBP	Butyl benzyl phthalate	85-68-7
フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)	DEHP	Di(2-ethylhexyl) phthalate	117-81-7

5.6.1 Py-TD-GC-MSによるフタル酸エステル類のスクリーニング分析

a) 適用範囲

高分子材料（ポリマ）および電子部品

b) 分析装置

熱脱離ガスクロマトグラフィー質量分析装置（Py-TD-GC-MS）

前処理装置として加熱装置（パイロライザー）を接続したガスクロマトグラフィー質量分析装置を使用する。質量検出器は選択イオンモニタリング（SIM）測定が可能なものにする

c) 前処理

機械的試料調製

測定部位を代表する平均的な試料を採取する。

d) 分析方法

IEC62321-8 / Ed.1.0b : 2017 に準拠して分析を行う。

試料約 0.5mg を感度 0.01mg の天秤を用いて試料カップへ正確にはかり取り、パイロライザーへセットする。ブランクテスト及び感度確認後、1000mg/kg フタル酸エステル類標準試料を用いて 1 点検量線を作成する。試料中のフタル酸エステルの各成分の絶対量を測定した後、各成分の半定量値を算出する。

表 5.6 Py-TD-GC-MSによるフタル酸エステル類の分析条件例

パイロライザー (Py)	加熱炉温度	: 200°C→20°C/min→ 300°C→5°C/min→ 340°C(1min)
	インターフェース温度	: 300°C (制御モード: 手動)
ガスクロマトグラフ (GC)	カラム	: ジメチルポリシロキサン (長さ 15m、内径 0.25mm、 膜厚 0.05μm)
	気化室温度	: 320°C

	オープン温度 : 80°C→20°C/min→300°C(5min) 注入モード : スプリット (スプリット比 1/50) キャリヤガス : ヘリウム52.1cm/s (線速度一定)																				
質量分析装置 (MS)	イオン源温度 : 230°C 電子加速電圧 : 70eV (電子イオン化法(EI)) モニターイオン質量数 : (m/z) <table border="1" data-bbox="767 600 1353 786"> <thead> <tr> <th>成分</th> <th>定量イオン</th> <th>確認イオン1</th> <th>確認イオン2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>DIBP</td> <td>223</td> <td>205</td> <td>149</td> </tr> <tr> <td>DBP</td> <td>223</td> <td>205</td> <td>149</td> </tr> <tr> <td>BBP</td> <td>206</td> <td>91</td> <td>149</td> </tr> <tr> <td>DEHP</td> <td>279</td> <td>167</td> <td>149</td> </tr> </tbody> </table> スキャン範囲 : 50~1000m/z	成分	定量イオン	確認イオン1	確認イオン2	DIBP	223	205	149	DBP	223	205	149	BBP	206	91	149	DEHP	279	167	149
成分	定量イオン	確認イオン1	確認イオン2																		
DIBP	223	205	149																		
DBP	223	205	149																		
BBP	206	91	149																		
DEHP	279	167	149																		

出典：IEC62321-8:2017 8.3.2

e) 判定方法

フタル酸エステル類の適合・不適合は、IEC62321-8 / Ed. 1.0b : 2017 に準拠して判定する。判定方法のフローを図 5.3 に示す。

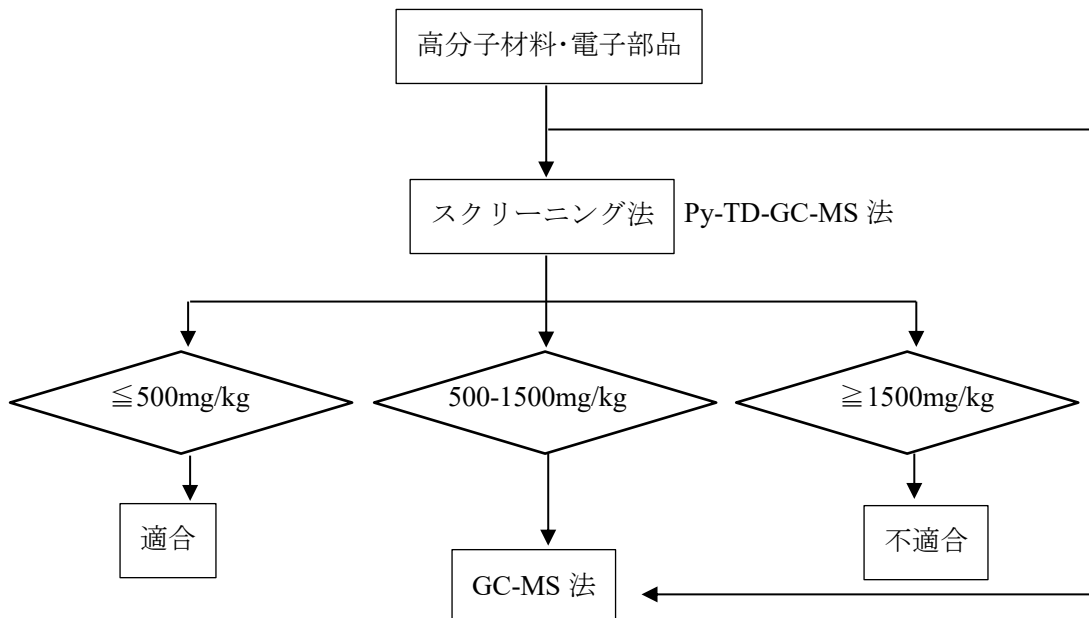


図 5.3 フタル酸エステル類の適合/不適合の判定フロー (Py-TD-GC-MS 法)

5.6.2 IAMS（イオン付着質量分析計）およびTD-MS（熱脱離質量分析計）による フタル酸エステル類のスクリーニング分析（PBMS に従った試験法）

IEC 62321ではPBMS：performance-based measurement system（パフォーマンス・ベースの測定方法）が採用されており、パート1の中で定義されている。PBMSとは一連のプロセスで、性能を重視（パフォーマンス・ベース）する考え方であり、費用対効果を満たす適切な方法を選択するための基準となるものである。また、IEC 62321-1:2013 4.9 Alternative test methods（代替試験方法）ではPBMS基準に従って、性能の有効性が確認されれば、その他の代替試験方法を使用することができると規定されている。

a) 適用範囲

高分子材料（ポリマ）および電子部品

b) 分析装置

加熱脱離質量分析計（例：日立ハイテクサイエンス製 HM1000）

c) 前処理

機械的試料調製

測定部位を代表する平均的な試料を採取する。

d) 分析方法

試料片（約 0.2mg）を最小目盛り 0.01mg 以下の天秤を用いて試料容器（サンプルパン）へ正確にはかり取り、装置のオートサンプラのサンプルラックに設置する。試料測定前にフタル酸エステル類標準試料（NMIJ CRM 8152-a）を用いて検量線を作成し、これを用いて定量、含有率を算出する。

**表 5.7 加熱脱離質量分析計によるフタル酸エステル類の分析条件例
（日立ハイテクサイエンス製 HM1000 標準条件）**

試料加熱部	試料温度 : 100°C→230°C/1.5min 230°C保持 5.5min 加熱炉温度 : 330°C保持
イオン化部	イオンモード : 正イオンモード 放電電圧 : 3kV 配管温度 : 300°C
質量分析部	API温度 : 150°C 測定モード : SCAN : SIM 測定時間 : 7min 測定サイクル時間（冷却、試料搬送を含む） : 10min

5.6.3 ポリマ中のフタル酸エステル類 (GC-MS法)

IEC62321-8/Ed.1:2017に準拠し、ポリマ中のフタル酸エステル類の分析を実施する。試料粉碎後、ソックスレー抽出または超音波抽出によって抽出し、ガスクロマトグラフィー質量分析法 (GC-MS) で分析する。

a) 適用範囲

ポリマ中に含有する50~2000mg/kg 濃度のDIBP、DBP、BBP、およびDEHPの定量分析

b) 分析機器

ガスクロマトグラフィー質量分析計 (GC-MS)

キャピラリーカラムを質量分析検出器 (電子イオン化、EI) に接続したガスクロマトグラフを分析に使用する。質量分析検出器は、選択イオンモニタリングが可能な、質量範囲の上限が1000 m/z 以上のものにする。

繰り返し再現性確保のため、オートサンプリングが望ましい。

詳細はIEC62321-8/Ed.1:2017の付属書Jを参照。

c) 前処理

試料は、液体窒素温度での冷凍粉碎などにより抽出前に試料を粉碎し、500 μ m ふるいを通り抜けるように調製する。この試料 500 \pm 10mg をヘキサンなどの溶媒を用いソックスレー抽出器にて抽出する (回収を確認するためサロゲート溶液を円筒ろ紙底部に添加する)。試料は円筒ろ紙に入れ、丸底フラスコに 120mL の溶剤にて 6 時間以上抽出する。抽出時間が短くなると分析対象成分の回収率は、その分低くなる傾向があるので、注意を要する。6 時間以上抽出後、減圧下で回転式エバポレーターを用いて約 10ml まで濃縮し、ヘキサンで 50ml にメスアップする。

THF に溶解するポリマサンプル (例えば PVC) については、以下に示す超音波による抽出手順でも代替できる。

超音波抽出の場合、試料 300 \pm 10mg にサロゲート溶液と THF10ml を添加し、密封する。その後、サンプルが溶解するまで 30~60 分超音波処理を行い、冷却する。20ml のアセトニトリルを滴下し、ポリマ分を沈殿させる。0.45 μ m の PTFE メンブランでろ過し、ポリマ分を除去する。

d) 分析方法

c)で調整した処理液に内部標準液を加え、GC-MSにて定量分析を行う。定量分析のための検量線は、標準溶液を用いて等間隔の濃度の溶液を5点以上調製し、そのピーク面積の測定値に基づき定量する。データについては、ブランクの値も含めて、IEC62321-8/Ed.1:2017 の11項に従い管理する。

表 5.8 GC-MS 法によるフタル酸エステル類の分析条件例

ガスクロマトグラフ (GC)	注入量	: 1.0 μ L
	カラム	: 5%ジフェニル/95%ジメチル ポリシロキサン (長さ 30m、内径 0.25mm、

	膜厚 0.25 μ m) 注入口温度 : 250 $^{\circ}$ C オープン温度 : 80 \sim 110 $^{\circ}$ C (0.5min) \rightarrow 20 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 280 $^{\circ}$ C(1min) \rightarrow 20 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 320 $^{\circ}$ C (5min) 注入モード : スプリットレス キャリヤガス : ヘリウム 1.5mL/min インターフェース温度 : 280 $^{\circ}$ C
質量分析装置 (MS)	イオン源温度 : 230 $^{\circ}$ C 四重極温度 : 150 $^{\circ}$ C 電子加速電圧 : 70eV (電子イオン化法(EI)) スキャン範囲 : 50 \sim 1000m/z

出典 : IEC62321-8:2017 8.3.1

改訂履歴

No.	改訂年月	改訂内容
初版 (Ver.1)	2004.4	RoHS指令が2003年1月に制定されたことを受けて、日立グループのRoHS指令への適合確認分析方法の指針として制定
Ver.2	2010.11	IEC62321と測定手順の整合、分析方法の基本説明の追補、先行事業部の事例紹介の別冊添付
Ver.3	2016.4	運用に必要な技術的事項の追加
Ver.4	2018.3	Part7-2(樹脂中の六価クロム)、Part8(フタル酸エステル類)の測定方法を追加

分析ガイドライン改定WGメンバー

事業グループ/会社	所属	氏名
日立パワーソリューションズ	コンサルティングエンジニアリング本部	助川 邦男
		小林 孝裕
日立産機ドライブ・ソリューションズ	環境ビジネス事業部 環境管理センタ	津上 昌平
		遠藤 卓史
日立ハイテクサイエンス	品質保証部	駒木根 力夫
	分析応用技術部	並木 健二
日立アーバンインベストメント	ファシリティ本部 ソリューション部 材料分析グループ	黒澤 良樹
		江崎 博嗣
	ファシリティ本部 事業企画部	山本 宏一
日立金属	電線材料カンパニー 品質保証部	横山 康祐
	電線材料カンパニー 電線材料研究所 材料・プロセスグループ	菊池 龍太郎
日立化成テクノサービス	日立事業所 分析・技術部	角場 活也
日立アプライアンス	家電・環境機器事業部 多賀家電本部 品質保証部	古山 仁
	本社 環境推進部	三野 和男
日立プラントサービス	新事業推進本部 分析技術センタ	内富 康成
研究開発グループ	(研開)テクノロジーイノベーション統括本部 材料イノベーションセンタ 先端材料研究部	石井 利昭
		原田 素子
システム&サービスビジネス	システム&サービスビジネス統括本部 環境推進本部 環境推進センタ	笹島 勝博
日立オートモティブシステムズ	グローバルモノづくり統括本部 製品環境グループ	江波 貴文
CSR・環境戦略本部	エネルギー・環境推進部	鍵和田 光