

## 「分析方法の客観的な評価としての ISO/IEC 17025 試験所認定制度の活用」

日本電気硝子(株) 技術部 化学分析課

飯田 雅直

### Utilization of the ISO/IEC 17025 laboratory accreditation for fair evaluation of an analysis procedure

Masanao Iida

Nippon Electric Glass Co., Ltd. Technical Division Chemical Analysis Section

#### はじめに

日本電気硝子技術部化学分析課は、2006年5月にガラス中のPb, Cd, 全Cr含有量を定量する分析方法についてISO/IEC 17025 試験所認定を取得した。その後2008年10月より認定を取得した項目について社外からの分析依頼受付を開始した。これらは欧州の電気・電子機器に関する特定物質使用制限指令（RoHS指令）により2006年7月以降は、最大許容濃度を超える特定有害物質を含む製品をEU内で販売できなくなったことに端を発する。材料メーカーは製品中のRoHS指令対象物質（Pb, Cd, Cr<sup>6+</sup>, Hg, PBB, PBDE）の含有量を分析し、その結果に基づいた指令遵守証明をユーザーに提出する事が求められるようになった。この指令を遵守する際の最大の課題として、対象物質の最大許容濃度が定められているのみで、遵守を証明するための分析方法が指定されておらず、適切

な公定法も殆どなかったことが挙げられる。そのため分析手法の信頼性が問題となった。今回は、この信頼性確保に対して当社がISO/IEC 17025 試験所認定制度を活用した事例を紹介する。

#### ガラス業界における現状

RoHS指令発効後の分析方法を巡って業界が混乱する中、国際組織であるIEC（国際電気標準会議）から金属と有機化合物についての分析方法が2008年12月に発行され、国際標準「IEC 62321（電気・電子機器-6種類の規制物質の濃度定量）」となった。国内においても、(株)日本化学工業協会が「化学製品中の特定微量金属成分測定法の標準化」(1)を公開している。このように金属と有機化合物では分析方法の標準化が進んでいる。これらに基づいて各々の分析機関はISO/IEC 17025 認定取得を進め、RoHS指令遵守に適した分析体制の整備を行っている。

一方、ガラスは化学的に安定な材料であり、ガラスから有害金属が溶出し環境に影響を及ぼすリスクは他材料と比較して低い。しかし電

気・電子機器メーカーからは、法令遵守の為に有害元素の含有量測定が要求される。ガラスの化学分析では、試料を完全に分解することが重要な課題であり、ガラスに適した分解方法を選択する必要がある。しかし、ガラス中の微量元素成分を分析する公定法がなかったため、各社はそれぞれ独自の対応を迫られた。

### 当社の対応：ISO/IEC 17025 認定取得

当社は特殊ガラスメーカーで、多種多様なガラスを取り扱っていることから、それらのガラスについて主要元素、微量元素を問わずさまざまな組成分析を行って来た。中には RoHS 指令対象物質が最大許容濃度に近い製品もある。そのような製品の分析を社外の第3者分析機関に委ねるのは、分析結果の信頼性把握が難しいことから企業活動へのリスクが大きいと判断した。そのため、RoHS 指令遵守を証明する手段として、自ら ISO/IEC 17025 試験所認定を取得し、各事業部に対し信頼性のある分析結果を提供することにした。ISO/IEC 17025 は試験所の技術的能力の証明、管理システムの確立、試験結果の客観的な信頼性確保を目的とした国際規格である。分析方法は公定法の優先使用を要求されるが、公定法不在の場合は使用する方法的妥当性を自らが証明すれば認定される。この点に着目して社内分析法を確立し認定取得の準備を進めた。

当社における分析方法では、RoHS 指令対象6物質のうちガラス中の Pb, Cd, 全 Cr 含有量を定量する。まず白金皿にガラス試料を量り取り、フッ酸を含む混酸にてガラスを加熱分解する。酸が蒸発したら硝酸を加え加熱溶解し試料溶液を作製する。その溶液を ICP 発光分析装置を用いて Pb, Cd, 全 Cr を定量する。この社内分析法は添加する酸の種類により3種類に分類している。分析法の一部(2)は、ISO/IEC 17025 認定機関である JAB (日本適合性認定協会) (3)のウェブサイトに登録・公開されている。これらの方法においてそれぞれ ISO/IEC

17025 認定取得に必要な妥当性確認を行った。その項目の例としては、適当な認証標準物質を用いた方法の確認、不確かさの推定、検量線の直線性、定量下限の調査などがある。なお、妥当性確認の詳細は、CITAC/EURACHEM ガイド(4)などを参照した。

一方、RoHS 指令対象6物質のうち当社の分析方法に含めなかった Hg および臭素系難燃剤である PBB, PBDE については溶融により製造されたガラス中には残存しないと考える。実際、これまでに検出された例もない。そのため当社では分析の必要性はないと判断した。Cr<sup>6+</sup>についてはガラス中の Cr<sup>6+</sup>を定量する方法が確立されていないため、より安全側で信頼性の高い結果を報告できる全 Cr で認定を取得している。

ISO/IEC 17025 認定取得は、権威ある認定機関により分析方法の妥当性、信頼性のある分析結果を顧客に提供する能力を客観的に評価されたことを意味する。当社では認定取得以来これまでに自社製品の多くを分析し報告実績を重ねてきた。ISO/IEC 17025 試験所認定を取得する機関は年々増加傾向にあるが、ガラスの化学分析に関する認定分析機関は、国内では現在、(財)化学物質評価研究機構と当社の2か所のみである。

### 認定試験所利用メリット

RoHS 指令では、罰則などの詳細は各国の法制化に委ねられている。イギリスを例にとると、規制当局に摘発された場合の抗弁では、法令遵守の為にあらゆる合理的な手段を講じていることを証明できるかどうか争点となる。すなわち、指定有害物質の非含有証明書に裁判の証拠となり得る信頼性・透明性が求められる。そのような場合には認定試験所発行の分析報告書であれば、それだけで一定の信頼性の証拠となり得るが、そうでなければ、信頼性を証明するために多数の書類準備が必要になる。

また、基本的に各国の認定機関が締結する国

際的な相互承認協定により、加盟諸国間での試験データの受け入れが可能となっている。すなわち、ISO/IEC 17025 認定試験所の報告書が海外でも通用する体制構築が世界的に進んでいる。協定に加盟している各国は、他の加盟国の認定試験所を自ら認定したかのように他国の認定試験所を承認しているので、国際間の取引において、重複して行われていた試験を省くことが可能となり、試験コスト削減が見込まれる。

### ガラス産業連合会団体マニュアル

2007年にはガラス産業連合会から「ガラス中の微量金属成分分析方法」(5)が公開されている。このマニュアル作成後にガラス産業連合会加盟各社において標準試料を用いた検証を行い、方法の妥当性が確認されている。さらに、蛍光X線の取り扱い、標準添加法や内標準法にも言及している。この内容はガラス産業連合会の統一見解として公表されており、大きな影響力をもつと考える。

当社の分析法と比較すると、ガラス中のPb, Cd, 全Crの分析においては前処理・測定方法に共通点が多い。またガラス認証標準物質を用いた社内評価において、どちらの方法においても同等の結果が得られることを確認している。

1995年に発効したWTO/TBT協定では、各国に対し強制・任意規格等(例：JIS)の作成や改正を行う際に、原則として国際規格(ISO/IEC等)を基礎とすることを義務づけている。欧米先進国ではそれ以後、自国産業の国際競争力強化の観点で国際標準化活動が活発になっている。「ガラス中の微量金属成分分析方法」については、現時点で基礎とすべき国際規格はない。今後、他国によって提案された方法が国際

規格化に至れば、その規格を基礎としてJISを作成・改正する義務が生じる。そのためJIS化の早期実現、理想としてはその後に国際規格化への提案が望まれる。JIS化に至れば、妥当性確認の負担軽減によりガラス分析を対象としたISO/IEC 17025認定取得機関の増加が期待される。今後のJIS化、国際規格化への活動に助力してゆきたい。

### 最後に

RoHS指令のように法令の中には遵守の検証をするための方法が明記されないことがある。さらにJISなど適当な方法が不在の場合は、信頼性のある分析値を得るための対応が必要となる。分析方法のJIS化や国際規格化には前述のIEC 62321のように制定まで4年を要する場合があります。規格化を待つことは現実的でない。

目的に合う認定試験所がない場合には、自らISO/IEC 17025の認定を取得することが解決策になると考える。

### 参考文献

- (1) 社団法人化学工業協会 「化学製品中の特定微量金属成分測定法の標準化」 [http://www.jcla.org/news/docs/jcla\\_rohs\\_01.pdf](http://www.jcla.org/news/docs/jcla_rohs_01.pdf)
- (2) 認定試験所情報：日本電気硝子(株)技術部化学分析課 [http://www.jab.or.jp/cgi-bin/jab\\_exam\\_proof\\_j.cgi?page=2&authorization\\_number=RTL01960&authorization\\_field\\_1=M26&authorization\\_field\\_2=03](http://www.jab.or.jp/cgi-bin/jab_exam_proof_j.cgi?page=2&authorization_number=RTL01960&authorization_field_1=M26&authorization_field_2=03)
- (3) JAB：財団法人日本適合性認定協会 <http://www.jab.or.jp/index.html>
- (4) CITAC/EURACHEM ガイド「分析化学における品質の指針」 <http://www.eurachem.org/guides/CITAC%20EURACHEM%20GUIDE.pdf>
- (5) ガラス産業連合会「ガラス中の微量金属成分分析方法」 <http://www.gic.jp/techno/manual.html>