



RoHS 분야 KOLAS 인정지침

기술표준정책국 적합성평가제도과

목차

- √ RoHS 분야(IEC 62321 중심으로) 국제표준화 동향
- √ IEC 62321 주요내용
- √ IEC62321에 의한 KOLAS인정지침

IEC/TC 111 2008 총회 결과 (WG3 관련)

❖ 2008.10.16~17 (한국 개최, 제주)

1. IEC 62321 (RoHS국제표준) FDIS 투표 결과 : 최종 통과 결정됨,

IEC/TC 111

2. PBB/PBDE 분석에서 deca-BDE를 예외조항에서 삭제 관련 추가 문서작업 후 IS 완료 예정

: Deca-BDE의 경우 ECJ (EU법정)의 결정에 따라 WG3에서 예외조항을 제외하자는 결정을 WG3에서 하였으나, 총회에서 각국의 이슈 제기로 인해 추가 문서 보완작업을 2009년 2월까지 진행하기로 함.

→ IEC 62321 FDIS 중 Introduction 및 Scope중 deca-BDE 예외 조항 삭제 재검토

“ The purpose of IEC 62321 is therefore to provide test methods that will allow the electrotechnical industry to determine the levels of regulated substances Pb, Hg, Cd, Cr(VI) and their compounds, as well as PBB and PBDE [except decabrominated diphenyl ether (decaBDE)], in electrotechnical products on a consistent global basis.”

3. WG3의 존속을 인정하며 공동 컨비너 체제로 운영 결정함 (미국, 독일 각 1명)

4. IEC 62321의 Revision plan : ~ 2012

→ Annex (PBBs/PBDEs, Cr⁶⁺)의 본장 삽입, 분석방법 다변화, 기타 유해물질 (NP 결정 시) 분석법 추가 예정



111/116/FDIS

FINAL DRAFT INTERNATIONAL STANDARD
PROJET FINAL DE NORME INTERNATIONALE

Project number Numéro de projet		IEC 62321 Ed.1	
IEC/TC or SC CEI/CE ou SC		Secretariat / Secrétariat	
111		Italy	
<input checked="" type="checkbox"/> Submitted for parallel voting in CENELEC Soumis au vote parallèle au CENELEC	Distributed on / Diffusé le	Voting terminates on / Vote clos le	
	2008-08-01	2008-10-03	
Also of interest to the following committees Intéresse également les comités suivants All IEC/TCs/SCs; ISO/TC 207		Supersedes document Remplace le document 111/95/CDV, 111/99A/RVC	
Functions concerned Fonctions concernées			
<input type="checkbox"/> Safety Sécurité	<input type="checkbox"/> EMC CEM	<input checked="" type="checkbox"/> Environment Environnement	<input type="checkbox"/> Quality assurance Assurance de la qualité

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR APPROBATION. IL NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

THIS DOCUMENT IS A DRAFT DISTRIBUTED FOR APPROVAL. IT MAY NOT BE REFERRED TO AS AN INTERNATIONAL STANDARD UNTIL PUBLISHED AS SUCH.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS FINAUX DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE EXAMINÉS EN VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LES RÉGLEMENTATIONS NATIONALES.

IN ADDITION TO THEIR EVALUATION AS BEING ACCEPTABLE FOR INDUSTRIAL, TECHNOLOGICAL, COMMERCIAL AND USER PURPOSES, FINAL DRAFT INTERNATIONAL STANDARDS MAY ON OCCASION HAVE TO BE CONSIDERED IN THE LIGHT OF THEIR POTENTIAL TO BECOME STANDARDS TO WHICH REFERENCE MAY BE MADE IN NATIONAL REGULATIONS.

LES RÉCIPIENDAIRES DU PRÉSENT DOCUMENT SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, LA NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

RECIPIENTS OF THIS DOCUMENT ARE INVITED TO SUBMIT, WITH THEIR COMMENTS, NOTIFICATION OF ANY RELEVANT PATENT RIGHTS OF WHICH THEY ARE AWARE AND TO PROVIDE SUPPORTING DOCUMENTATION.

Titre

IEC 62321 Ed.1: Electrotechnical products – Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers)

Titre

CEI 62321 Ed.1: Produits électrotechniques – Détermination des niveaux de six substances réglementées (plomb, mercure, cadmium, chrome hexavalent, diphényles, polybromes, diphénylethers polybromes)



Project : IEC 62321 Ed. 1.0

[History](#) [Working groups](#) [Associated documents](#)

Committee : 111

Current document : [111/116/FDIS](#)

Current status : CDIS —
Draft circulated as FDIS

Forecast publication date : 2008-11

Maintenance Result Date :
2012

Title (English) :

Electrotechnical products - Procedures for the determination of levels of six regulated substances (Lead, Mercury, Cadmium, Hexavalent Chromium, Polybrominated Biphenyls, Polybrominated Diphenyl Ethers)

History of the project :

Stage	Document	Decision date	Target date
PNW	111/2/NP	2004-12-24	
ANW	111/9/RVN	2005-03-11	2005-05-15
1CD	111/24/CD	2005-06-24	2005-10-15
CDM	111/32/CC	2005-09-30	2005-10-31
ACDV	111/32B/CC	2006-02-03	2005-11-30
CCDV	111/54/CDV	2006-05-05	2006-03-31
NADIS	111/68/RVC	2006-10-13	2007-01-15
ACDV	111/68A/RVC	2007-02-09	2007-01-31
CCDV	111/95/CDV	2007-10-12	2007-09-30
ADIS	111/99A/RVC	2008-01-11	2008-06-15
DEC		2008-06-06	2008-07-15
RDIS		2008-06-16	2008-06-30
CDIS	111/116/FDIS	2008-08-01	2008-09-15
APUB			2008-10-15
BPUB			2008-10-31
PPUB			2008-11-30

[Return to top](#)

IEC 62321 FDIS 투표결과(2008.9)

ANNEX A

Result of Voting on FDIS – Document 111/116/FDIS

Project: IEC 62321 Ed.1: Electrotechnical products – Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated diphenyls, polybrominated diphenyl ethers)

Circulation Date: 2008-08-01

Closing Date: 2008-10-03

Country	Status	Vote	Received	Comments
Australia	P	Y	2008-10-03	-
Austria	P	Y	2008-10-02	-
Belgium	P	Y	2008-09-30	-
Canada	P	Y	2008-10-02	-
China	P	Y	2008-09-26	-
Czech Republic	P	Y	2008-09-17	-
Denmark	P	Y	2008-10-02	-
Finland	P	Y	2008-09-23	-
France	P	Y	2008-09-29	-
Germany	P	Y	2008-09-19	-
Greece		A	2008-10-03	-
India	P	Y	2008-09-30	-
Ireland		Y	2008-09-22	-
Israel	P	A	2008-10-02	-
Italy	P	Y	2008-09-18	-
Japan	P	Y	2008-10-03	-
Korea (Rep. of)	P	Y	2008-10-02	-
Luxemburg		Y	2008-10-03	-
Malaysia	P	Y	2008-09-26	-
Mexico	P	Y	2008-10-03	-
Netherlands	P	Y	2008-10-03	-
Norway	P	Y	2008-10-02	-
Poland	O	A	2008-09-12	-
Portugal		A	2008-10-03	-
Singapore	P	Y	2008-09-29	-
Slovenia	O	Y	2008-09-08	-
South Africa	P	Y	2008-10-02	-
Spain	P	Y	2008-09-22	-
Sweden	P	Y	2008-10-02	-
Switzerland	O	Y	2008-09-30	-
Thailand	P	Y	2008-09-19	-
U.S.A.	P	Y	2008-09-25	-
United Kingdom	P	Y	2008-10-01	-

	Approval Criteria	Result
P-members voting: 25		
P-members in favour: 25 = 100%	>= 67%	APPROVED
Total votes cast: 29	Total against: 0 = 0%	<= 25%
Final Decision:		APPROVED

NOTES

- Vote: Does the National Committee agree to publish the FDIS as an International Standard:
Y = In favour; N = Against; A = Abstention.
- Only votes received before the closing date are counted in determining the decision.
- Abstentions are not taken into account when totalizing the votes.
- P-members not voting: Romania; (1).

IEC 62321의 Issue사항

- IEC 62321의 경우 RoHS 대응을 위한 규격
 - 기존의 표준화규격(ISO, ASTM, KS, JIS 등)에 비해 미흡함
 - 금속, Polymer, Electronics의 세종류로 구분됨
 - 실제적으로는 수많은 매질이므로 유효화에 다소 어려움이 예상

- IEC 62321는 본문 (Pb, Cd, Hg)과 Annex (C⁶⁺, PBBs/PBDEs)로 구분되어 표준화됨
 - 본문에 속한 항목은 표준에 의거 진행이 가능함.
 - Annex의 경우 실제 시험소간 숙련도에서 많은 deviation이 발생 이 경우 각 시험소에서 별도 유효화가 필요함.

- Annex부분 유효화에 대한 어려움 → 평가시에도 동일함
 - 시험방법 유효화가 다양한 종류와 분야로 전부 유효화가 어려움

- Sampling에 대한 어려움
 - 종류의 다양성과 복합재질로 인해 시료 대표성 있는 시료 선정의 어려움 존재

IEC 62321 주요내용

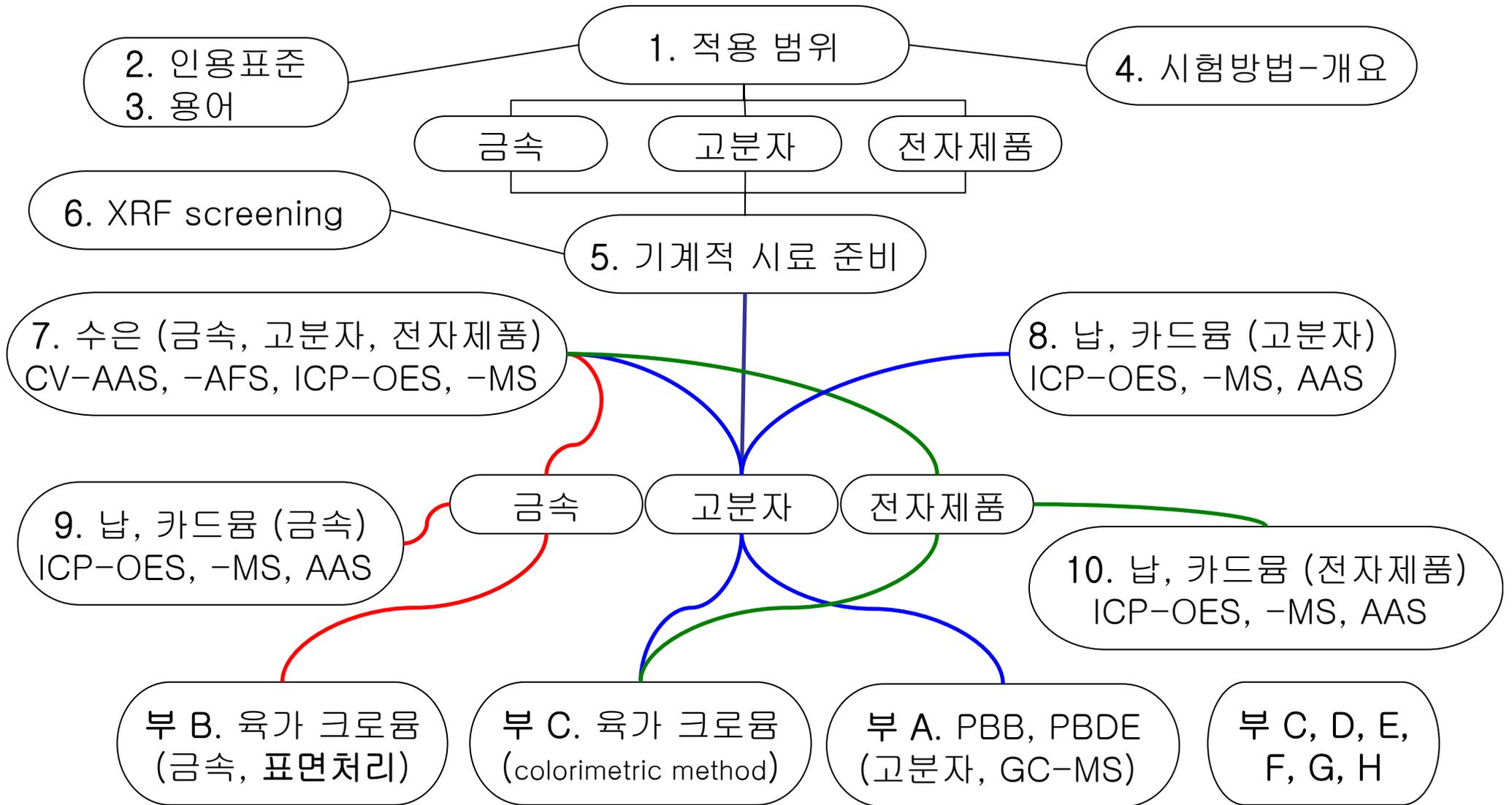
IEC 62321 Ed.1 FDIS

**Electrotechnical products Determination of levels of
six regulated substances
(lead, mercury, cadmium, Hexavalent chromium,
polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers)**

KOLAS – IEC 62321

- ✓ IEC 62321은 전기전자제품에 대한 RoHS 적합성 평가 표준은 아님
- ✓ IEC 62321은 제품평가를 위한 표준군 중 물질에 대한 시험방법임
- ✓ IEC 62321은 제품으로부터 시료채취 방법을 제시하지 않음
 - 3가지 물질군 (금속, 고분자, 전자소자)에서 시험시료 채취 방법만 제시
- ✓ 시험 주체의 시료 채취 및 시험능력을 요구함

IEC 62321 표준의 구성



IEC 62321 1. 적용 범위

1. 측정 대상 물질은 납, 카드뮴, 수은, 육가 크로뮴, PBB, PBDE 임.

(FDIS에서는 Deca-BDE를 측정 대상 물질에서 제외하고 있음, IS에서 재 검토 될 것으로 보임)

2. 제품으로부터 시료 (sample) 채취 방법에 대해 규정하고 있지 않음

(IEC/PAS: Electrotechnical products - Guideline for sampling procedure for determination of Restricted Substances in Electrotechnical products)

(시료 선택에 따른 시험결과에 영향을 언급함)

3. 시료로서의 “unit”, “homogenous material”에 대해 규정 하지 않음

4. 시료를 얻기 위한 분해 절차를 규정 하지 않음

5. 평가 절차를 규정하지 않음

(IEC 62476 TS Ed.1: Guidance for assessing conformity of product with respect to substance use restrictions in electric and electronic equipment)

IEC 62321 2. 인용표준

ISO/IEC Guide 98:1995

ISO Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)

ISO 3696

Water for analytical laboratory use – Specification and test methods

ISO 5961

Water quality – Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry

ISO 17025

General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

IEC 62321 3. 용어, 정의, 약어

3.1.8 electronics (전자제품)

현장교체형장치

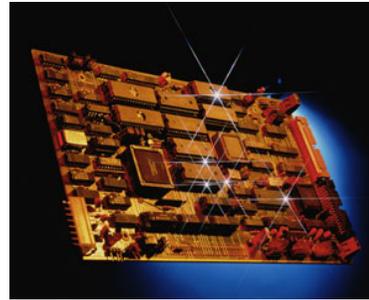
전자부품

전자조립품

3.1.7 electronic components

3.1.6 Electronic assembly

3.1.9 Field replaceable unit



3.1.11 performance-based measurement system (성능기반측정시스템)

제정효율적 방법으로 규제, 제한 프로그램, 특정 프로젝트의 데이터의 요구에 대하여 적절한 방법을 선택하기 위한 기준을 제공하기 위한 절차의 집합

비고 규정은 법규, 기술지침문서, 허가서, 작업계획서, 시행령 등으로 문서화 될 수 있음.

IEC 62321 4. 시험방법-개요

4.1 응용범위

납, 카드뮴, 수은

분석적 시험방법

개발, 유효화 됨

- 개요
- 장치/기구 및 물질
- 시약
- 시료 준비
- 시험방법
 - 검정
 - 장비 성능
 - 시료 측정
 - 시험레포트
 - 품질관리

육가 크로뮴, PBB, PBDE

실험실 적용

이 표준에서는 다루지 않음

- 적용 단계
 - 적합한 품질 보증 조치
 - 실험실 장비를 이용한 분석 방법의 성능에 대한 문서화된 유효화 프로토콜

IEC 62321 4. 시험방법-개요

4.2 시료

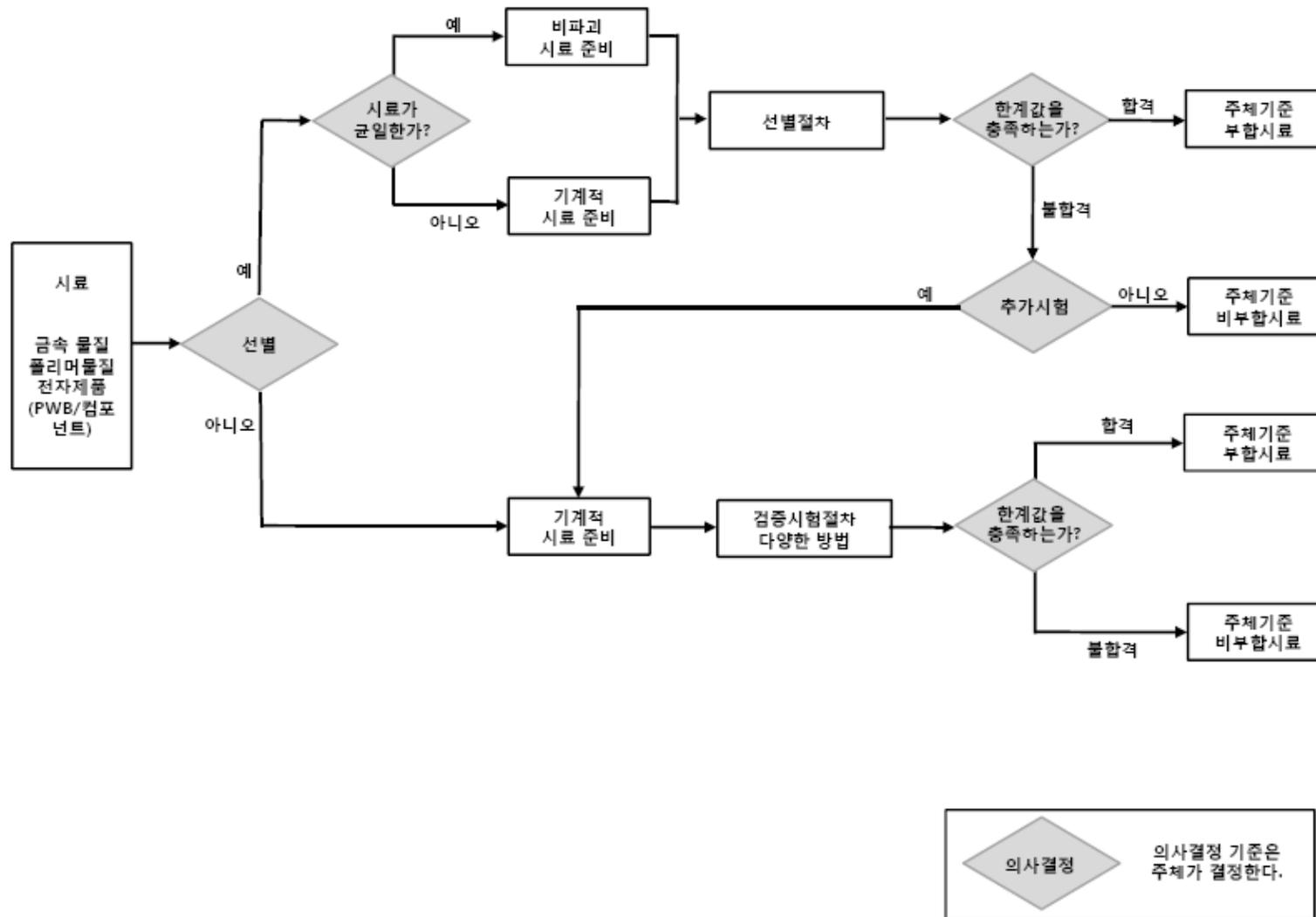
- 금속 (metal)
- 고분자 (polymer)
- 전자제품 (electronics)

샘플링은 시험방법을 적용하는 주체가 응용 가능한 표준문서를 반영하여 정의 한다.

- 균일물질 (homogenous material)로 정의 내린 경우, 금속 또는 고분자 시험방법 적용
- 전자부품, 전자 조립품, 현장 교체형 장치로 정의 내린 경우, 전자제품 시험방법 적용

IEC 62321 4. 시험방법-개요

4.3 시험방법 - 순서도



IEC 62321 4. 시험방법-개요

4.3 시험방법 - 순서도

단 계	물 질	고 분 자	금 속	전자제품 (PWB/부품)
기계적 시료 준비 (5절)		직접 측정/분쇄	직접 측정/분쇄	분쇄
화학적 시료 전처리		마이크로파 용해 산 용해, 건식 회화 용매 추출	마이크로파 용해 산 용해	마이크로파 용해 산 용해 용매 추출
분석 기법 정의 (대표적인 오차율 포함)	PBB/ PBDE	GC/MS (부속서 A)	해당사항 없음	GC/MS (부속서 A)
	Cr (VI)	알칼리 시료용해/ 비색법 (부속서 C)	Spot (반점) 시험법/ 끓는물 추출법(부속서 B)	알칼리 용해/ 비색법 (부속서 C)
	Hg	ICP-AES, ICP-MS, CV AAS, AFS (7절)		
	Pb/Cd	ICP-AES, ICP-MS, AAS (8절)	ICP-OES, ICP-MS, AAS (9절)	ICP-OES, ICP-MS, AAS (10절)

IEC 62321 4. 시험방법-개요

4.4 매질 보정

전자기기의 주요 물질 (매질)은 고분자 (대부분 첨가제 포함하고 때때로 코팅 표면을 갖는 고분자), 금속 또는 합금 (코팅되어 있을 수 있음), 전자제품이다.

- 분석대상물질의 농도가 주요 시료 구성 물질 또는 다른 화학물질, 화합물에 비해 상대적으로 낮은 농도로 존재하기 때문에 시험방법은 물질 또는 매질에 따라 상이함

- 시험방법은 시료에 따라 조정되어야 함.

* 바탕시료 및 매질이 보정된 검량시료의 도입

* 매질로 부터의 분석물질을 분리하는 전처리 방법

4.5 검출한계 (LOD)와 정량한계 (LOQ)

Limit of detection (LOD)

Instrument detection limit

Method detection limit (MDL)

Limit of quantification (LOQ)

IEC 62321 4. 시험방법-개요

4.6 시험 성적서

최소 기술 내용

- 1) 분석에 참여한 실험실 이름, 주소 및 위치 그리고 시험자 이름
- 2) 시료 접수일자 및 시험 수행일
- 3) 보고서 고유ID (예 : 일련번호) 및 보고서의 총 페이지 및 개별페이지 수
- 4) 시험 시료를 획득하기 위해 수행된 제품 분해에 대한 설명을 포함해, 시료에 대한 설명과 확인
- 5) 이 표준에 대한 참고, 사용된 방법 또는 성능기반 등가물 (용해 방법과 장치를 포함)
- 6) 검출한계 (LOD) 또는 정량 한계 (LOQ)
- 7) 시험 시료에 대해 mg/kg으로 나타낸 시험결과
- 8) 이 표준에 명시되지 않은 임의의 세부사항 (선택사항) 및 결과에 영향을 미칠 수 있는 기타 다른 인자들. 합의 또는 다른 방식을 통해, 여기서 명시된 시험절차에 대한 임의의 편차

IEC 62321 5. 기계적 시료 준비

5.1 개요

- 시료를 시험에 적당한 크기로 줄여나가는 방법에 대해 기술함 (시험시료 준비).
- 시험시료 준비시 오염 및 손실에 대한 주의

5.2 기구, 장치 및 물질

5.3 시험방법

5.3.1 수동 절단

- 전자제품 : 40 mm X 40 mm
- 금속 판 : 40 mm X 40 mm
- 고분자 : 5 mm X 5 mm

5.3.2 거친 분쇄 (to 1 mm)

5.3.3 균질화

5.3.4 고운 분쇄 (<1 mm)

5.3.5 매우 고운 분쇄 (500 um)

IEC 62321 6 X-선 형광광도법에 의한 스크리닝

6.1 개요

- Pb, Hg, Cd, total Cr, total Br (고분자, 금속, 세라믹 적용 가능)
- 검정방법 (fundamental parameters, empirical calibration)
- 시료 전처리 (비파괴, 파괴-5절 참조)

6.4 샘플링 (시험시료 준비) – 문서화된 작업표준

6.4.1 비파괴 방법

- 측정반복성, 측정 면적, 측정 부분의 물리적 상태, 시험시료 제조 방법 문서화

6.4.2 파괴 방법

- 측정값에 최소한의 영향을 주는 분말의 크기, 용액 및 고체 매질 측정

6.5 시험방법

- 개별 장비의 특성과 성능에 대한 시험자의 충분한 인식을 요하고 있음

IEC 62321 6 X-선 형광광도법에 의한 스크리닝

개별 분석 물질에 대한 권장 X-선

분석물질	제 1 분석선	제 2 분석선
납 (Pb)	$L_2-M_4(L\beta_1)$	$L_3-M_{4,5}(L\alpha_{1,2})$
수은 (Hg)	$L_3-M_{4,5}(L\alpha_{1,2})$	
카드뮴 (Cd)	$K-L_{2,3}(K\alpha_{1,2})$	
크롬 (Cr)	$K-L_{2,3}(K\alpha_{1,2})$	
브롬 (Br)	$K-L_{2,3}(K\alpha_{1,2})$	$K-M_{2,3}(L\beta_{1,3})$

6.5.4 장비 성능에 대한 확인

- 개별 분석물질에 대한 감도
- 스펙트럼 분해능
- 검출한계
- 측정영역의 제시
- 시료 준비와 측정의 반복성
- 검정곡선의 정확도 (6.8절 참조)

6.5.6 검정

- Fundamental parameter법
- empirical (traditional) calibration

IEC 62321 6 X-선 형광광도법에 의한 스크리닝

6.6 계산

- 30% 안정율 (safety factor)

6.7 방법의 평가 - 제한적이지만 각 분석물질에 대한 IIS2 결과를 가지고 요약함.

6.7.1 납

- 고분자 내 납 농도가 100 mg/kg 이상 시,
부정확도는 상대적으로 $\pm 13\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 19\%$ 보다 좋다
- 고분자 내 납 농도가 10 mg/kg 이상 시,
부정확도는 상대적으로 $\pm 30\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 70\%$ 보다 좋다
- 알루미늄 합금 내 납,
부정확도는 상대적으로 $\pm 10\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 25\%$ 보다 좋다
- 주석 합금 내 납 174 mg/kg의 경우, 60 mg/kg~380 mg/kg의 결과가 나타남
- 철 합금 내 30 mg/kg의 납의 경우, 검출되지 않음
- PWB의 경우, 균일성이 문제시 됨

6.7.2 수은

- 고분자 내 수은 농도가 1000 mg/kg 이상 시,
부정확도는 상대적으로 $\pm 10\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 25\%$ 보다 좋다

IEC 62321 6 X-선 형광광도법에 의한 스크리닝

6.7.3 카드뮴

- 고분자 내 카드뮴 농도가 100 mg/kg 이상 시,
부정확도는 상대적으로 $\pm 10\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 15\%$ 보다 좋다
- 고분자 내 카드뮴 농도가 20 mg/kg 이상 시,
부정확도는 상대적으로 $\pm 10\% \sim \pm 50\%$, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 20\% \sim \pm 100\%$
- 주석 합금 내 카드뮴 농도가 3.3 mg/kg 시, 검출 안됨

6.7.4 크로뮴

- 고분자 내 크로뮴 농도가 115 mg/kg 이하 시,
부정확도는 상대적으로 $\pm 17\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 30\%$ 보다 좋다
- 유리 내 크로뮴 농도가 115 mg/kg 이하 시,
부정확도는 상대적으로 $\pm 20\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 35\%$ 보다 좋다
- 알루미늄 합금 내 크로뮴 농도가 1 100 mg/kg 시
부정확도는 상대적으로 $\pm 10\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 41\%$ 보다 좋다
- 알루미늄 합금 내 크로뮴 농도가 100 mg/kg 시 검출 안됨

IEC 62321 6 X-선 형광광도법에 의한 스크리닝

6.7.5 브롬

- 고분자 내 브롬 농도가 1 000 mg/kg 이하 시,
부정확도는 상대적으로 $\pm 10\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 $\pm 13\%$ 보다 좋다
- 고분자 내 브롬 농도 10 % 증가 시,
부정확도는 상대적으로 $\pm 25\%$ 보다 나으며, 비정밀도는 상대적으로 약 $\pm 30\%$ 이다
(고농도에선 empirical calibration 적합하지 않음)

6.8 품질관리

6.8.1 검정곡선의 정확도

- 검정곡선의 정확도를 기준물질을 사용하여 확인하고, 편차 시험을 적용

6.8.2 관리 시료

6.9 특별한 경우

6.9.1 측정을 위한 시료의 제안

- 장비의 특성과 시료의 측정을 위한 적용 가능성을 파악하여야 한다.

IEC 62321 6 X-선 형광광도법에 의한 스크리닝

6.9.2 시료의 균일성

a) 큰 표면적 시료 (모든 시료에 적용)

- 육안 검사를 통해 시료의 적절성을 판단하고 분리 및 도금 층의 박리 후 소지 금속 분석

b) 작은 표면적 시료

- 장비의 특성에 따라 비파괴 검사 가능. 소지 측정 시 코팅, 페인트 등 간섭에 주의 (제거)

c) 코팅 및 얇은 시료

- 작은 시료는 여러 개를 측정
- 얇은 시료는 여러 겹으로 만들어 측정
- 측정 시료의 특성에 대한 시험자의 충분한 이해 필요

IEC 62321 7 고분자, 금속, 전자재료 중 수은 분석방법

7.1 개요

- 측정 장비; CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES, ICP-MS (CV-AAS 선호)
- Hg 4 mg/kg~1 000 mg/kg (고정밀도, 고정확도, 고농도 가능, 고분자에 적용된 예)
- 용해 장치 (microwave, 가열분해장치)

7.4 시료의 준비

7.4.1 시험시료

- 램프의 경우, 추가적인 방법을 제시하고 있음

7.4.2 습식 분해법 (전자제품의 용해)

- 금속, 전자제품의 용해에 적합 (Si, Zr, Hf, Ti, Ta, Nb, W 함유 금속 제외)
- 시료 1 g (반응기; 환류 냉각장치와 흡수용기 (0.5 M 질산 10 mL, 부속서 E 참조))
- 30 mL 진한 질산 첨가 후 상온에서 1시간 분해 후 90 도에서 2시간 분해
- 250 mL로 묽임 (불용분은 XRF 등으로 수은 불검출 검증)

IEC 62321 7 고분자, 금속, 전자재료 중 수은 분석방법

7.4.3 마이크로파 분해

- 많은 량의 Si, Zr, Hf, Ti, Ta, Nb, W 포함 금속
- 고분자 물질
- 시료량 0.5 g 이하
- 8절 ~ 10절에서 얻어진 마이크로 분해 용액으로 측정 가능
- 시료량 약 100 mg (진한질산 5 mL, HBF₄ (50% m/m) 1.5 mL, H₂O₂ 1.5 mL, 물 1 mL)
- 25 mL로 묽힘 (불용분은 XRF 등으로 수은 불검출 검증)

7.4.4 시약 바탕용액 준비

7.5 시험방법

7.5.1 표준용액 검정곡선 준비 (R² 0.998 이상)

- 1.5 % 질산 용액 사용, 내부표준물질법 (ICP-OES,-MS) 사용 가능, 최소 3개 검정표준용액
- 수은표준용액 안정화를 위해 5% (m/m) 과망간산칼륨 또는 1% (m/m) 금용액 사용

IEC 62321 7 고분자, 금속, 전자재료 중 수은 분석방법

7.5.3 시료 측정

- 10개 시료 측정 후 측정 정밀도 확인 (표준용액, 검정용액 등)

IIS 2 결과

시료 번호	시료 설명	보증값 (mg/kg)	납의 평균값 (mg/kg)	표준편차 (mg/kg)	회수율 (%)	회수율범위 (%)	전체 데이터의 수
IIS2-C10	EC 680 (폴리에틸렌)	25,3	24,6	3,7	97	83 - 119	5 각각 3번 반복
IIS2-C11	EC 681 (폴리에틸렌)	4,5	4,4	0,4	97	84 - 106	5 각각 3번 반복; 한 개의 벗어난 값은 제외
IIS2-C12	NMIJ CRM 8112-a (ABS)	100	90	6	90	83 - 99	9 각각 3번 반복; 세개 벗어난 값은 제외
IIS2-C13	NMIJ CRM 8113-a (ABS)	941,5	893,0	53	95	89 - 103	9 각각 3번 반복; 세개 벗어난 값은 제외

비 고 하나의 데이터 집단에서 얻어진 집단의 회수율이 50% 보다 작고 200%보다 크면 벗어난 값으로 규정되었음.

IEC 62321 8 고분자 중 납, 카드뮴 분석방법

8.1 개요

- 고분자 중 납, 카드뮴에 적용
- ICP-OES, AAS (Pb, Cd > 10 mg/kg), ICP-MS (Pb, Cd > 0.1 mg/kg)

8.4 시험시료

- 산용해 400 mg, 건식회화 및 마이크로웨이브 200 mg

8.4.2 시험용액의 준비

8.4.2.1 건식 회화법

- 할로겐 원소가 포함되지 않을 경우, 태워서 질산으로 녹여 분석 (50 mL로 뉘힘)
- 할로겐 원소가 포함되어 있는 경우, 황산, 질산으로 분해 후 전기로에서 회화 (50 mL로 뉘힘)
불용분에 대해선 분석 대상 물질의 유무를 검증, 불소화카본 화합물에 적용 못함

8.4.2.2 습식 산분해 (카드뮴 측정에만 사용)

- 황산, 질산, 과산화 수소 분해 (100 mL로 뉘힘)
- 실리카와 티타늄 포함 시료에 대해서는 HF 사용 (100 mL로 뉘힘)

IEC 62321 8 고분자 중 납, 카드뮴 분석방법

8.1 개요

- 고분자 중 납, 카드뮴에 적용
- ICP-OES, AAS (Pb, Cd > 10 mg/kg), ICP-MS (Pb, Cd > 0.1 mg/kg)

8.4 시험시료

- 산용해 400 mg, 건식회화 및 마이크로웨이브 200 mg

8.4.2 시험용액의 준비

8.4.2.1 건식 회화법

- 할로겐 원소가 포함되지 않을 경우, 태워서 질산으로 녹여 분석 (50 mL로 뉘힘)
- 할로겐 원소가 포함되어 있는 경우, 황산, 질산으로 분해 후 전기로에서 회화 (50 mL로 뉘힘)
불용분에 대해선 분석 대상 물질의 유무를 검증, 불소화카본 화합물에 적용 못함

8.4.2.2 습식 산분해 (카드뮴 측정에만 사용)

- 황산, 질산, 과산화 수소 분해 (100 mL로 뉘힘)
- 실리카와 티타늄 포함 시료에 대해서는 HF 사용 (100 mL로 뉘힘)

IEC 62321 8 고분자 중 납, 카드뮴 분석방법

8.4.2.3 산 분해를 위한 달힌계 (마이크로웨이브법)

- 질산, 과산화 수소 분해 (50 mL로 뭍힘)
- 실리카와 티타늄 포함 시료에 대해서는 HF 사용 (50 mL로 뭍힘)
- 불용분에 대해서는 분석물질의 유무를 XRF로 검증

8.5 시험방법

- 시료 조성을 모를 경우, 내부표준법 권장
- 필요하다면 표준첨가법을 사용
- 조성을 알고, 간섭 매질 원소가 없을 경우, 검정곡선법 사용

8.5.1 표준용액 검정곡선 준비 (R^2 0.998 이상)

- 검정 표준용액; (0 ug~100 ug)/100 mL

8.5.3 시료 측정

- 10개 시료 측정 후 측정 정밀도 확인 (표준용액, 검정용액 등)

8.6 시험방법 평가 - 시료 내 납, 카드뮴 농도 10 mg/kg 이상시, 정밀도 및 정확도 ± 20 %

IEC 62321 9 금속 중 납, 카드뮴 분석방법

9.1 개요

- 금속 중 납, 카드뮴에 적용
- ICP-OES, AAS (Pb, Cd > 10 mg/kg), ICP-MS (Pb, Cd > 0.1 mg/kg)

9.4 시험시료

9.4.1 시험 시료; 시료 1 g (비이커 또는 PTFE/PFA 비이커 (불산 사용시))

9.4.2 시험용액의 준비

- 대표적으로 염산, 질산 또는 혼산 사용
- 위의 산으로 녹지 않을 경우, 과염소산, 황산 (납 침전 유의), 인산을 사용
- 산 사용시, 침전에 따른 분석 물질의 공침에 유의
(황산 (Pb, Ba), 염산 (Ag), Al은 산화/산화-수화물 생성)
- 불용분에 대해서는 다른 방법으로 검증하거나, 다른 방법 (alkali fusion, 고압 용기) 으로 모두 녹여 산 용해용액과 합침.

IEC 62321 9 금속 중 납, 카드뮴 분석방법

9.4.2 시험용액의 준비

a) 일반적인 시료 용해법

- 비이커, 시계 접시, 혼산 1 (염산:질산:물=2:1:2) 20 mL, 가열 분해 (100 mL로 옮김)

b) Zr, Hf, Ti, Ta, Nb, W 함유 시료

- PTFE/PEA 비이커, 혼산 2 (질산:불산=1:3) 20 mL, 가열 분해 (100 mL로 옮김)

c) Sn 함유 시료

- 비이커, 시계 접시, 혼산 3 (염산:질산=3:1) 10 mL, 가열 분해
- 황산 10 mL, 가열, 브로민화 수소산 20 mL (3번 반복), 질산 10 mL (100 mL로 옮김)
- 다른 방법,
시료 1 g (물 40 mL, 질산 12 mL, 플루오르화 붕산 용액 6 mL), PTFE/PFA, HDPE 비이커
- 은이 다량으로 존재 할 경우 (무연땀납), 염산으로 녹인 후 과산화 수소 10 mL로 완전용해함

IEC 62321 9 금속 중 납, 카드뮴 분석방법

9.6 시험방법

- 검정곡선법, 매질 맞춤법 (matrix matching method), 내부표준법, 표준첨가법
- 고 매질 시료의 경우, 매질 맞춤법이 권장됨
- 매질 효과를 보정할 수 없을 경우, 용매 추출법이나, 이온 교환법 등으로 분리

9.6.1 검정용액 제조 (R^2 0.998 이상)

- a) 매질 맞춤법 - 시료 구성에 맞게 검정용액 제조
- b) 내부 표준법 사용

9.5.3 시료 측정

- 10개 시료 측정 후 측정 정밀도 확인 (표준용액, 검정용액 등)

9.7 시험방법 평가 - 시료 내 납, 카드뮴 농도 10 mg/kg 이상 시, 정밀도 및 정확도 $\pm 20\%$

IEC 62321 10 전자제품 중 납, 카드뮴 분석방법

10.1 개요

- 전자제품 (PWB, 전기전자 기기 중 단일 부품) 중 납, 카드뮴에 적용
- ICP-OES, AAS (Pb, Cd > 10 mg/kg), ICP-MS (Pb, Cd > 0.1 mg/kg)

10.4 시험시료 (8절 9절 내용 반복)

10.4.1 시험 시료

- 전자제품의 경우 산 분해 전 기계적 분쇄 필요

10.4.2 왕수를 이용한 용해

- 환류 냉각기 및 흡수관 (0.5 M 질산 10 mL)이 달린 반응용기

시료 2 g (<250 μm), 염산 22.5 mL, 질산 7.5 mL, 실온 12시간, 120도 가열 2시간 (거른 후 250 mL 뭍힘)

- 비이커를 사용할 경우, 혼산 넣은 후 120도 가열 2시간후, 12시간 실온 방치 후 조작

IEC 62321 10 전자제품 중 납, 카드뮴 분석방법

10.4.3 마이크로파 분해

- 분쇄 시료 200 mg (<250 um)
- 질산 4 mL, HBF_4 2 mL, H_2O_2 1 mL, 물 1 mL 넣고 분해 (유기물 분해)
- 식힌 후, 염산 4 mL 넣고 다시 분해 (기타 성분 분해) (25 mL로 묽힘, 5 % 염산 사용)
- 시료 한 개당 2개 내지 3개 분석 권장
- 200 mg 보다 많은 시료량을 요구 할 때는, 여러 분해 용기에 나눠 분해 한 후 합침
(1.2 g의 시료가 필요 할 때, 200 mg 씩 6개의 용기에 나눠 분해 한 후 합침)
- 불용분에 대해서는 XRF 등을 통해 검증

10.5 시험방법

- 검정곡선법, 매질 맞춤법 (matrix matching method, ICP-OES, AAS)
내부표준법 (ICP-MS), 표준첨가법
- 고 매질 시료의 경우, 매질 맞춤법이 권장됨
- 매질 효과를 보정할 수 없을 경우, 용매 추출법이나, 이온 교환법 등으로 분리

IEC 62321 10 전자제품 중 납, 카드뮴 분석방법

10.5.1 검정용액 제조 (R^2 0.998 이상)

- a) 매질 맞춤법 - 시료 구성에 맞게 검정용액 제조
- b) 내부 표준법 사용
- c) ICP-OES, AAS: 철 및 구리 함량이 높을 시 표준 용액의 매질 맞춤과 분석선 선택이 중요
- d) ICP-MA: 내부표준법 권장

10.5.2 표준용액 제조

a) ICP-OES, AAS

- 왕수 분해 표준용액

- * 검정 바탕용액; 10 % (m/m) 염산 100 mL
- * 검정용액 (100 mL); 1500 ug/mL Fe, 1 500 ug/mL Cu, 염산 24 mL

- 마이크로파 분해 표준용액

- * 검정 바탕용액; 10 % (m/m) 염산 92 mL, 50% (m/m) HBF_4 8 mL
- * 검정용액 (100 mL); 1500 ug/mL Fe, 1 500 ug/mL Cu, 염산 24 mL, 50% (m/m) HBF_4 8 mL

10.6 시험방법 평가 - 시료 내 납, 카드뮴 농도 10 mg/kg 이상 시, 정밀도 및 정확도 ± 20 %

IEC 62321 부속서 A PBB, PBDE 분석방법

A.1 도입

- GC-MS를 이용한 PBB, PBDE 분석 방법에 대해 규정 (고분자)
- PBB, PBDE 100 mg/kg ~ 2 000 mg/kg (deca-BDE, 100 000 mg/kg)
- PS-HI, PC+ABS, ABS
- Soxhlet 추출 후 GC-MS (mass range 1000 m/z 이상), 정성, 정량 (SIM mode)

A.2 분석에 대한 일반적인 설명

- 추출 후 UV 차단 필요
- Br의 XRF 측정 값이 0.1 % 이상 시 시료 량 조절이 필요 할 수 있음

A.5 시험 시료

- 냉동 분쇄 후 500um 이하 (체 거름)

A.5.1 시험 원액

- a) 대용물질 (회수율): 50 ug/mL DBOFB in toluene
- b) 내부 표준물 (시료주입 오차): 10 ug/mL CB209 in toluene

IEC 62321 부속서 A PBB, PBDE 분석방법

A.5.2 Soxhlet 추출 전추출

- 2시간 동안 전추출 하여 Soxhlet 세척

A.5.3 시료 추출

- a) 100 mg \pm 10 mg, 추출 용매 (톨루엔)
- c) 200 μ L 대용물질 (50 μ g/mL)
- d) 60 mL 용매 사용, 2 시간 추출 (한 사이클 당 2~3 분)
- e) 100 mL 로 묽힘

A.5.4 내부 표준 첨가 (IS)

- 1 mL 시험용액에 20 μ L 내부표준 첨가

A.6 검정

- 적어도 5개의 검정용액 (피크 면적, 검정곡선 RSD \leq 15 %)

A.6.1 PBB (1 μ g/mL 개별 동속체), PBDE (1 μ g/mL 개별 동속체), 대용물질 (1 μ g/mL) 저장액

- 5 mL 부피 플라스크 (100 μ L PBB, PBDE (50 μ g/mL)+100 μ L 대용물질 (50 μ g/mL))

IEC 62321 부속서 A PBB, PBDE 분석방법

A.6.2 검정용액 (1 mL 부피 플라스크)

No.	PBB+PBDE+ 대용물질 ¹ 의 부피 (μ L) (A.6.1)	내부 표준물질의 부피 ² (μ L) (A.5.1)	c(PBB), c(PBDE) (동속체당 ng/mL)	c(대용물질) (ng/mL)
1	50	20	50	50
2	150	20	150	150
3	250	20	250	250
4	350	20	350	350
5	450	20	450	450

- total PBB, total PBDE에 대한 농도 (검정용액에 사용된 물질 외 동속체도 포함)
- 시료에서 PBB, PBDE가 검출 되지 않았을 경우, 성적서 상 표기는 가장 높은 시험방법 검출 한계를 갖는 값 이하로 표기 한다 (예) decaBB의 MDL이 20 mg/kg이고, 다른 PBB의 경우 10 mg/kg 이면, PBB가 검출 되지 않으면 <20 mg/kg 으로 표기한다)

IEC 62321 부속서 A PBB, PBDE 분석방법

PBB 정량 기준질량

	추출물에서 검출된 이온(m/z) ^a		
Mono-BB	231,9^b	233,9	
Di-BB	309,8	311,8	<u>313,8^c</u>
Tri-BB	387,8	389,8	<u>391,8</u>
Tetra-BB	307,8	309,8	<u>467,7</u>
Penta-BB	385,7	387,7	<u>545,6</u>
Hexa-BB	465,6	467,6	<u>627,5</u>
Hepta-BB	543,6	545,6	<u>705,4</u>
Octa-BB	623,5	625,5	<u>627,5</u>
Nona-BB	701,4	703,4	<u>705,4</u> (863,4)
Deca-BB	781,3	783,3	<u>785,3</u> (943,1;215,8,
^a (): 추가 이온, ^b bold:정량 이온 382,6; 384,5) ^c underlined : 확인용 이온			

PBDE 정량 기준질량

	추출물에서 검출된 이온(m/z) ^a		
Mono-BDE	247,9^b	249,9	
Di- BDE	325,8	327,8	<u>329,8^c</u>
Tri- BDE	403,8	405,8	<u>407,8</u>
Tetra- BDE	323,8	325,8	<u>483,7</u>
Penta- BDE	401,7	403,7	<u>561,6</u>
Hexa- BDE	481,6	483,6	<u>643,5</u>
Hepta- BDE	559,6	561,6	<u>721,4</u>
Octa- BDE	639,5	641,5	<u>643,5</u> (801,3)
Nona- BDE	717,4	719,4	<u>721,4</u> (879,4)
Deca- BDE	797,3	799,3	<u>959,4</u> (879,4)
^a (): 추가 이온, ^b bold:정량 이온 ^c underlined : 확인용 이온			

IEC 62321 부속서 A PBB, PBDE 분석방법

A.8 품질관리

- 5 ug/mL 기술적 decaBDE (BDE-209, Wellington lab. Cat. # TBDE-83R 또는 BDE-209 ~96.9 %, BDE-206 ~1.5 %)를 이용하여 BDE-209 존재 하의 nonaBDE 측정에 대한 GC-MS 시스템과 변수들에 대한 품질 관리 실시 (PR-206 < 4.0 이하 만족)

A.8.1 품질관리 방법

- a) 시약 바탕용액
- b) 매질 첨가 용액 (회수율 50 %~ 150 %, 10개 시료당 한 개 또는 시료 단위 당 한개)
- c) 검정 확인 표준 (calibration check standard, CCC; 70 %~130%, 10개 측정 및 시료 단위 후 측정)
- d) 대용 물질 회수율 (회수율 70 %~130 %, 모든 시료)
- e) 검정용액의 결과로 부터 내부표준물질의 평균 감응 값을 구하고 개별 시료의 내부표준물질의 감응값을 비교한다 (50 %~150 %)
- f) 높은 농도의 DecaBDE (BDE-209) 존재 시 nonaBDE 측정에 유의

IEC 62321 부속서 A PBB, PBDE 분석방법

A.8.1 품질관리 방법

- g) 고농도 분석물질 측정 후 또는 잠재적 간섭 브롬계 난연제 분석 시 장비의 오염 주의
- h) BDE-208, -206 머무름 시간 확인 (retention time)

A.8.2 시험방법 검출 한계와 보고한계

- a) 2 g의 난연제 불포함 적합한 고분자를 분쇄
- b) 100 mg의 고분자를 thimble에 7개 취함
- c) Soxhlet 추출 장치에 장착
- d) Thimble에 검정용액 동속체를 5 ug 가함 (최저 검정표준용액의 농도)
- e) 추출
- f) 회수율 (70 %~130 %)
- g) MDL \leq 100 mg/kg
- h) 보고 한계=3 X MDL

IEC 62321 부속서 A PBB, PBDE 분석방법

A.10 검정 표준물질

PBB ^a	Compound Name
BB-003	4-Bromo biphenyl
BB-015	4,4'-Dibromo biphenyl
BB-029	2,4,5-Tribromo biphenyl
BB-049	2,2',4,5'-Tetrabromo biphenyl
BB-077	3,3',4,4'-Tetrabromo biphenyl
BB-103	2,2',4,5',6-Pentabromo biphenyl
BB-153	2,2',4,4',5,5'-Hexabromo biphenyl
BB-169	3,3',4,4',5,5'-Hexabromo biphenyl
DOW FR-250	Technical mixture of nonabromo biphenyl, octabromo biphenyl (80 %) and heptabromo biphenyl
BB-209	Decabromo biphenyl

PBDE ^a	Compound Name
BDE-003	4-Bromo diphenyl ether
BDE-015	4,4'-Dibromo diphenyl ether
BDE-033	2',3,4-Tribromo diphenyl ether
BDE-028	2,4,4'-Tribromo diphenyl ether
BDE-047	2,2',4,4'-Tetrabromo diphenyl ether
BDE-099	2,2',4,4',5-Pentabromo diphenyl ether
BDE-100	2,2',4,4',6-Pentabromo diphenyl ether
BDE-153	2,2',4,4',5,5'-Hexabromo diphenyl ether
BDE-154	2,2',4,4',5,6'-Hexabromo diphenyl ether
BDE-183	2,2',3,4,4',5',6-Heptabromo diphenyl ether
BDE-203	2,2',3,4,4',5,5',6-Octabromo diphenyl ether
BDE-206	2,2',3,3',4,4',5,5',6-Nonabromo diphenyl ether
BDE-209	Decabromo diphenyl ether

^a Ballschmiter and Zell 분류숫자가 PBBs와 PBDEs 에 사용됨.

IEC 62321 부속서 A PBB, PBDE 분석방법

A.11 용해 가능 고분자 추출 방법

- PS-HI와 같은 용해 가능 고분자
- a) 시료 100 mg, 갈색 바이엘 (최소 2 mL)
- b) 적합한 용매 9.8 mL (질량 기록)
- c) DBOFB 대용물질 (50 ug/mL) 200 uL (질량 기록)
- d) 30 분간 초음파 처리
- e) 1.0 mL 를 새로운 갈색 바이엘에 분취 (최소 12 mL, 질량 기록)
- f) PBB/PBDE에 좋은 용매이고 고분자 비용매를 선택하여 9.0 mL 가함 (질량 기록)
 - 예) PS-HI toluene 추출 후 isooctane으로 용해 고분자 제거
- g) 침전된 고분자를 거른 후 10 mL 부피 플라스크에 1.0 mL 분취 후 무게 (질량 기록)
- h) 고분자 침전 단계가 진행된다면, 10% 고분자 비용매를 준비하여 밀도를 측정한다
- i) 바탕 추출도 시험방법과 동일하게 진행 한다.
- j) 분석 절차에 따라 분석한다.

IEC 62321 부속서 B 방식용 육가 크로뮴 처리 확인 시험

B.1 개요

- 금속 표면 방식을 위해 표면 처리로 사용된 육가 크로뮴의 측정에 사용
- 시료는 45 % RH~75% RH, 15 도~35 도 사이에서 보관되어야 하고, 표면 처리 한 지 30 인 내에 측정이 이루어져야 한다. 이에 대한 사항을 모를 경우, 성적서에 표기
- 반점법에서 판단이 어려운 경우, 끓는물 법을 사용한다

B.4 시료 준비

- 시료 표면은 오염, 지문, 외부로 부터의 얼룩 등이 없어야 한다
- 기름은 35 이하 에서 알맞은 용매로 세정한다
- 알칼리 용액 처리 금지
- 표면에 고분자 코팅 존재 시 SiC 사포 (#800)으로 갈아줌

IEC 62321 부속서 B 방식용 육가 크로뮴 처리 확인 시험

B.5 시험방법

B.5.1 반점시험방법

- a) 1,5-diphenylcarbazide 0.4 g (아세톤 20 mL + 에탄올 20 mL), 75 % (m/m) 인산 20 mL, 물 20 mL (이 용액은 제조 후 8시간 이내에 사용해야 한다)
- b) 금속 표면에 시험용액을 1~5 방울 떨어 뜨림 (6가 크로뮴 존재 시 적자색 반응)
이 시험방법은 6가 크로뮴 존재에 대한 양성/음성 판정
- c) 양성 반응 시 6가 크로뮴 존재로 판단 (검출 시 1 mg/kg 이상 존재, 더 이상 시험진행 안함)
- d) 음성 판정시
 - 시료의 다른 표면을 선택하여 사포로 문지른 후 다시 시험
 - 발색된 정도의 구별이 어려울 시 6가크로뮴 용액을 사용하여 비교

IEC 62321 부속서 B 방식용 육가 크로뮴 처리 확인 시험

B.5 시험방법

B.5.2 끓는 물 추출방법

- a) 시험용액 1,5-diphenylcarbazide 0.5 g (아세톤 50 mL), 물 50 mL
- b) 시험시료의 표면적은 $50 \text{ cm}^2 \pm 5 \text{ cm}^2$ (표면적이 적을 경우, 여러 개 이용)
- c) 시료를 비이커에 넣고 물 50 mL를 넣어 가열 (10분 \pm 0.5분) 후 냉각 한 후 인산 1 mL 첨가
추출 액을 반으로 각각 나누는 후 발색 시약 1 mL를 넣고 비교한다
- e) 판단이 어려울 경우, 광도계를 사용한다
양성의 경우, 육가 크로뮴이 50 cm^2 의 시료 면적에 0.02 mg/kg 이상 있다는 것이다.

IEC 62321 부속서 C 육가 크로뮴 정량

C.1 개요

- 고분자 및 전자 부품에 포함된 육가 크로뮴을 정량적으로 측정하기 위한 방법을 제시
- 알칼리 용해 절차에 의해 육가 크로뮴을 추출 (시험 결과 산 용액 추출 보다 효과적)
- 광도계를 사용하여 540 nm에서 흡광도 측정
- 시료 매질에 영향을 많이 받음 (ABS, PVC 적합, EVAC/PE 부적합)

C.4 시험시료

- 분말화 (< 250 μm , # 60 ASTM 표준 체)

C.5 시험방법

C.5.1 추출

- a) 시료 2.5 g (매질에 대한 회수율 측정용 첨가 시험시료도 준비)
- b) 용출액 50 mL (시료가 물에 뜨면 젖음제 (Triton X)를 1~2방울 넣어줌)
- c) 400 mg MgCl_2 (0.5 mL 1.0 M 인산 완충용액)의 첨가 (선택사항)
- d) 90도 ~ 95도로 교반하면서 3시간 가열

IEC 62321 부속서 C 육가 크로뮴 정량

C.5 시험방법

C.5.1 추출

- e) 시험용액을 거른 후 (거른 고체 시료는 보관), 질산으로 pH를 $7.5 \pm 0,5$ 되도록 맞추고 100 mL 부피 플라스크에 옮긴 후 뭍힘

C.5.2 발색 및 측정

- a) 용해용액 95 mL를 100 mL 용기에 옮긴 후 황산으로 pH를 $2.0 \pm 0,5$ 로 맞추
- b) 용해용액이 탁하거나 색을 띠면, 거른다. 거른 후 투명하면 발색과정으로 간다.
- c) 거른 후에도 색을 띠거나 탁하면 이 용액을 바탕으로 하여 흡광도를 미리 측정해 놓고 발색 시키기 위하여 5분~10분 방치
- d) 용해용액에 발색시약 2 mL를 넣고 100 mL로 뭍힌 후 발색이 되도록 5분~10분 방치
- e) 540 nm에서 흡광도를 측정

IEC 62321 부속서 C 육가 크로뮴 정량

C.5.5 품질관리

C.5.5.1 일반적인 방법

- 시료는 20개를 넘지 않는 묶음으로 측정 (시료, 바탕용액, 반복 측정, 첨가회수시험)
- 한 묶음당 하나의 바탕용액을 준비하여 측정
- 각 묶음 마다 반복측정시료를 준비하여 측정 결과가 20% 이하의 상대편차를 가져야 함
 - a) 매질 소량 첨가용액을 시료당 1회 분해 용액 50 mL에 첨가하여 이용
 - b) 고체 매질 소량 첨가제 $PbCrO_4$ 를 분해 용액 50 mL에 첨가하여 이용허용 회수율의 범위는 80 %~120 %

C.5.5.2 매질 첨가 회수율 보정 방법

- 매질 소량 첨가 회수율 허용 가능 범위 10 %~125 %
- 회수율이 75 %~125 %인 경우, 결과와 검출 한계 보정 필요 없음
- 회수율이 10 %~75 %인 경우, 검출 한계 및 결과는 회수율에 따라 보정

IEC 62321 부속서 C 육가 크로뮴 정량

C.6 시험방법 검출 한계와 정량한계의 결정

- a) 2.5 g 시료 (예, IRMM VDA RM) 6개 준비
- b) 각각의 비이커에 10 ug 육가 크로뮴 첨가 (100 uL 매질 첨가 용액)
- c) 시험방법에 따라 시험
- d) 회수율을 구함 (70%~120%)
- e) 시험방법 검출 한계는 표준편차로부터 구한다 (Student's t X 표준편차)
- f) 정량한계는 표준편차의 5배 (MDL 2 ug/g, 정량한계 10 ug/g)

C.7 시험방법 평가

- 매질의 영향을 크게 받음
- 시료 내 육가 크로뮴의 농도가 250 ug/g~1100 ug/g 일때,
- PVC의 경우, RSD 3.9 %의 재현성과 약 70 %의 회수율 나타냄
- ABS의 경우, RSD 13%의 재현성과 약 27 %의 회수율 나타냄
- EVAC/PE의 경우 회수율 측정 안됨

IEC 62321 부속서 D XRF의 실질적 응용

D.2 매질과 간섭 효과

a) 시료 안에 있는 성분의 특성 복사선의 세기는 들뜸 복사선의 산란 과정에 역으로 영향 받음

1) 시료 안의 분석물질과 다른 성분 (매질)에 의한 들뜸 복사선과 형광 복사선의 흡수

2) 시료 안의 다른 성분에 의한 분석물질의 2차 여기

- 고분자: 매질은 분석물질의 특성 X-선의 세기에 영향을 줌

* 스펙트럼의 바탕밖에 크게 기여하는 1차 복사선의 산란

* 주로 PVC 안의 염소, 칼슘, 티타늄, 아연, 주석, 등과 같은 첨가제,
난연제에서 유래한 브롬 및 안티모니와 같은 성분에 의한 형광의 흡수

* 안티모니, 주석, 브롬 등과 같은 성분에 의한 형광의 흡수

* 높은 파워의 파장분산형 X선 형광분석기 (WDXRF > 500W)는 오랜 시간 동안 X선 튜브에 노출된다면 고분자 시료의 표면을 바꿀 수 있다. 이때는 새로운 표면을 측정

IEC 62321 부속서 D XRF의 실질적 응용

D.2 매질과 간섭 효과

- 금속: 금속의 경우 주된 매질 효과는 주로 흡수와 2차 들뜸 효과임

* Fe 합금: Fe, Cr, Ni, Nb, Mo, W

* Al 합금: Al, Mg, Si, Cu, Zn

* Cu 합금: Cu, Zn, Sn, Pb, Mn, Ni, Co

* 납땜 합금: Pb, Cu, Zn, Sn, Sb, Bi, Ag

* Zn 합금: Zn, Al

* 정밀 금속 합금: Rh, Pd, Ag, Ir, Pt, Au, Cu, Zn

* 기타 금속 Ti, Mg

- 전자제품의 경우 고분자 및 금속에서 나타난 모든 효과가 나타남

IEC 62321 부속서 D XRF의 실질적 응용

D.2 매질과 간섭 효과

b) 부가적으로 시료 내 원소의 특성 복사선의 세기는 시료 내 다른 원소의 간섭선의 영향을 받을 수 있음

- Cd: Br, Pb, Sn, Ag, Sb
- Pb: Br, As, Bi
- Hg: Br, Pb, Bi, Au, Ca (고농도 존재 시), Fe (고농도 존재 시)
- Cr: Cl
- Br: FE, Pb, Hg

C) 매질에 따른 LOD

성분/분석 물질	순수한 고분자	Br은 없고 Sb이 2%이상 포함된 고분자	Sb은 없고 Br이 2%이상 포함된 고분자
Cd	A	$\sim A \rightarrow 2A$	$\geq 2A$
Pb	B	$\sim 2B$	$\geq 3B$

IEC 62321 부속서 D XRF의 실질적 응용

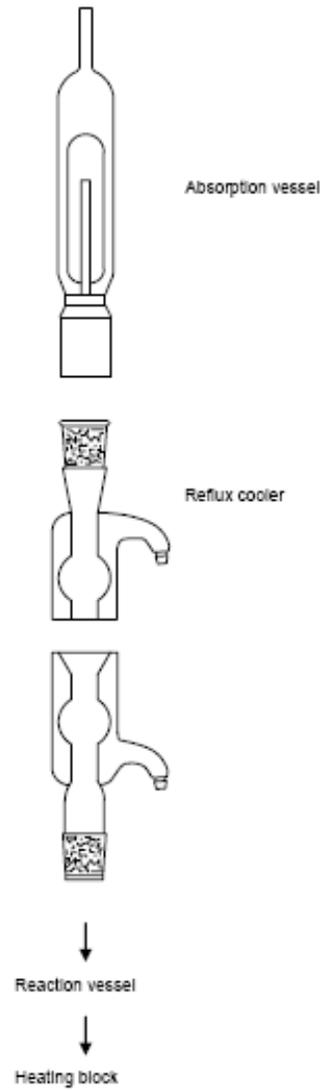
D.3 결과 표현

- 다양한 매질에 포함된 규제 원소의 스크리닝 한계 (mg/kg)

성분	고분자	금속	복합 물질
Cd	$BL \leq (70-3\sigma) < X < (130+3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (70-3\sigma) < X < (130+3\sigma) \leq OL$	$LOD < X < (150+3\sigma) \leq OL$
Pb	$BL \leq (700-3\sigma) < X < (1,300+3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (700-3\sigma) < X < (1,300+3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (500-3\sigma) < X < (1,500+3\sigma) \leq OL$
Hg	$BL \leq (700-3\sigma) < X < (1,300+3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (700-3\sigma) < X < (1,300+3\sigma) \leq OL$	$BL \leq (500-3\sigma) < X < (1,500+3\sigma) \leq OL$
Br	$BL \leq (300-3\sigma) < X$	-	$BL \leq (250-3\sigma) < X$
Cr	$BL \leq (700-3\sigma) < X$	$BL \leq (700-3\sigma) < X$	$BL \leq (500-3\sigma) < X$

IEC 62321 부속서 E 수은 측정

E.1 장치



IEC 62321 IIS에 사용된 CRM 목록

1. Mercury (Hg)

CRM	Certified value of Hg (mg/kg)
EC 680 (polyethylene)	25.3
EC 681 (polyethylene)	4.5
NMIJ CRM 8112-a (acrylonitrile Butadiene styrene)	100
NMIJ CRM 8113-a (acrylonitrile butadiene styrene)	941.5

2. cadmium (Cd)

CRM	Certified value of Cd (mg/kg)
EC 680 (polyethylene)	104.8
EC 681 (polyethylene)	21.7
NMIJ CRM 8112-a (acrylonitrile Butadiene styrene)	10.77
NMIJ CRM 8113-a (acrylonitrile butadiene styrene)	106.9
CRM “MBH” (tin-based alloy)	3.3

IEC 62321 IIS에 사용된 CRM 목록

3. Lead (Pb)

CRM	Certified value of Pb (mg/kg)
EC 680 (polyethylene)	107.9
EC 681 (polyethylene)	13.8
NMIJ CRM 8112-a (acrylonitrile Butadiene styrene)	108.9
NMIJ CRM 8113-a (acrylonitrile butadiene styrene)	1084
BCR 126 (lead crystal glass)	240000
NIST SRM 2166 (low alloy steel)	30
NIST SRM 855a (aluminium casting alloy)	190
NIST SRM 87a (silicon aluminium alloy)	930
MBH CRM 74X CA4 (tinbased alloy)	174

IEC 62321 IIS에 사용된 CRM 목록

4. total bormine (Br)

CRM	Certified value of Br (mg/kg)
EC 680 (polyethylene)	808
EC 681 (polyethylene)	98

5. total Chromium (Cr)

CRM	Certified value of Cr (mg/kg)
EC 680 (polyethylene)	114.6
EC 681 (polyethylene)	17.7
NMIJ CRM 8112-a (acrylonitrile Butadiene styrene)	27.87
NMIJ CRM 8113-a (acrylonitrile butadiene styrene)	269.5
BAM S004 (glass)	94
NIST SRM 2166 (low alloy steel)	240
NIST SRM 855a (aluminium casting alloy)	130
NIST SRM 87a (silicon aluminium alloy)	1100



IEC 62321에 의한 KOLAS 인정지침

1. IEC 62321 국제표준화 진행현황 개요 (I)

1) IEC TC 111/WG3(IEC 62321 작업반) 주요 진행 사항

- IEC FDIS 62321 투표결과 통과,('08.10) `09년 2월내 최종발간예정
- RoHS 관련 국제표준으로 실제 효력 발휘함

※ **IEC 62321 : Electrotechnical products** - Procedures for the determination of levels of six regulated substances (Lead, Mercury, Cadmium, Hexavalent Chromium, Polybrominated Biphenyls, Polybrominated Diphenyl Ethers)

※ **IEC TC 111:**

Environmental standardization for electrical and electronic products and systems
(전기·전자 제품 및 시스템에 대한 환경 표준화)

2) IEC 62321 주요 결정 사항

- IEC 62321의 6대 물질 (Pb, Cd, Hg, Cr⁶⁺, PBBs/ PBDEs) 중 Pb, Cd, Hg은 본문에 있으나 PBBs/ PBDEs 및 Cr⁶⁺ 항목은 IEC 표준화 과정에서 기술적 미흡으로 Annex로 제외됨

1. IEC 62321 국제표준화 진행현황 개요 (II)

3) 향후 전망

① 전세계 전자업체 IEC 62321 채택안 (추정)

- '09년 7월 이후 세계 전기전자업체는 IEC 62321로 통일화 가능성이 큼

② 국내 전자업계 대응 계획안(추정)

- '09년 1월 이후 신규부품에 한하여 IEC 62321공인성적서를 '09년 6월부터는 모든 제품에 대하여 IEC 62321공인성적서로 확대

③ 대만/중국은 현재 IEC 62321 공인성적서를 요구하고 있어 시험기관은 이에 대한 조기 대응 필요

4) KOLAS대응방안

① IEC 62321에 의한 KOLAS인정지침 마련 및 국내 시험기관의 조기 IEC 62321 인정 획득 독려

※ KOLAS 추가인정 시 최소 3개월에서 5개월 소요됨

- 기존 RoHS 인정기관도 upgrade하여 IEC 62321로 재신청

- 산업체 및 이해관계인과 연계하여 IEC 62321 관련 Issue 공동 대응

2. IEC 62321 KOLAS 인정지침 - 1) 기본 방침

본 지침은 RoHS와 관련된 6대 유해물질 분석기관에 대하여 'IEC 62321에 의한 KOLAS인정'을 위하여 필요한 특정요건에 대한 부연 내용을 제공하는 것으로 이 지침은 KOLAS R 002, KOLAS SR 001 등 다른 관련성 있는 KOLAS인정기준과 연계되어 적용함.

따라서, 본 지침의 기본방침은 다음과 같음

- RoHS 규제지침에만 적용함 (6대 물질)
- 고객이 요구하는 경우에만 적용 (RoHS, ELV 등)
- 제품의 품질관리용은 표준규격 (ISO, KS, ASTM등)을 적용 해야 함

2. IEC 62321 KOLAS 인정지침 – 1) 기본방침

◆ IEC 62321 본문에 해당되는 부분 (Pb, Cd, Hg) 유효화 불필요

- 서류심사와 현장평가를 통하여 능력을 검증
 - ※ 숙련도, 시료전처리, 매트릭스영향, CRM 및 RM을 활용한 방법 검증 등
- 시험방법에 대한 유효화가 불필요하나 시험실에서 적용 가능한 농도범위와 시료매질에 각별히 주의하여 CRM이나 RM을 활용한 시험방법 검증 실적이 문서화 되어야 함.
- 시험방법검증에 유용한 지침은 'KOLAS G 015 (화학적 시험방법 유효성 확인을 위한 KOLAS 지침'과 IUPAC 기술보고서 '분석방법에 대한 시험실 검증을 위한 표준지침'을 참조함

2. IEC 62321 KOLAS 인정지침 – 1) 기본방침

◆ Annex 부분 (Cr^{6+} , PBBs/PBDE)은 유효성 검증 및 자료 필수 제출

- 유효화 검증시 'KOLAS G 014 화학분야 장비교정에 사용되는 표준물질과 상업용 표준물질의 수용지침'을 참고하여 적절한 CRM 또는 RM을 사용함
(COMER, KRISS, 붙임1 자료 참조)
- 유효화 검증시 적절한 CRM 및 RM이 모두가 불가능하다면 첨가시료 즉, 알려진 농도로 분석대상물질을 첨가한 시료의 분석을 통해 실시함.

- ▷ Cr^{6+} 유효화 검증시 금속의 경우 Fe, Cu, Zn을 포함한 3개 이상 매질을, 고분자는 PS, PE 등 2개 이상 매질을 사용하여 저농도, 고농도가 포함하여 2개 이상의 농도를 대상으로 함
- ▷ PBBs/PBDE 유효화 검증시 PS, PE, PC, 고무류 등 2종류 이상의 재질을 사용하여 저농도, 고농도가 포함되도록 2개 이상의 농도를 대상으로 실시함

- 현장평가시 기관에서 보유한 표준시료로 시험자 능력을 검증함

2. IEC 62321 KOLAS 인정지침 – 1) 기본방침

- ◆ 인정신청시 RoHS의 6대 항목, 4대 중금속, 난연제 별 구분 신청은 가능하나 개별 항목별 신청은 불가
- ◆ 인정분류는 2.025 기타 환경(전자제품-RoHS)
- ◆ 기존 RoHS인정기관이 IEC 62321로 추가인정 신청 시
 - 항목 추가인정은 해당분야의 추가 신청 후 현장평가 실시
 - 기존 전 항목을 유효화한 기관은 서류평가로 인정 가능
(단, 기술위원회에서 검토하여 승인이 된 경우)

2. IEC 62321 KOLAS 인정지침 – 2) 인정절차

기존의 **KOLAS** 평가와 동일한 **Rule** 적용하여 진행할 것임

◆ 문서심사

가. 제출 서류 (필수)

- ① 유효화 보고서 (IEC 62321 Annex 해당 부분) : Metal, Polymer 별도 작성
- 유효화 관련 지침 준수 여부 확인
- ② 불확도가 포함된 방법 검증 자료 (SOP)
- ③ RoHS 인증표준물질 (CRM 또는 RM) 보유 List
- ④ 분석 표준문서 (매뉴얼/절차서/지시서 등 RoHS 시험 해당 표준) 등

나. 제출 서류 (추가)

- ① RoHS 관련 숙련도 참가 실적 (2006년 이후)
- ② RoHS 관련 KOLAS 성적서 발행 실적 (2006년 이후)
- ③ 기존 RoHS 관련 KOLAS 인정 항목 (규격) List

2. IEC 62321 KOLAS 인정지침 – 2) 인정절차

◆ 현장평가

가. 평가팀 구성

- ① 평가반장(1인) 외 신청분야에 따라 무기, 유기분야 각각 1인 이상으로 구성
- ② RoHS 평가사 및 기술전문가를 별도 구성하여 운영
 - ※ 이해관계성을 고려, RoHS 전문시험기관 직원 배제를 원칙으로 함

나. 측정심사

- ① 유효화하여 신청한 항목에 대하여 측정심사 실시(PBBs/PBDEs, Cr⁶⁺)
 - 평가용 시료는 사전 준비 또는 평가기관 보유시료로 평가 당일 전달하여, 분석 전과정을 입회평가로 진행
 - 검증용 시료가 없는 경우 기존 시료 (metal 또는 polymer)에 spike 하여 평가
- ② Pb, Cd, Hg도 기존 인정받지 않은 기관의 경우 측정심사를 실시
- ③ 실제 시험자에 대한 숙련도 여부를 현장평가에서 주요하게 평가

2. IEC 62321 KOLAS 인정지침 – 2) 인정절차

◆ 기타사항

1. 제3자 시험기관의 경우 다양한 매질에 따른 평가가 가능한지 평가 시 고려
 - ※ 시험자 구술평가, 기존 기인정 받은 시험표준 여부 등
2. 제조업체 소속 시험기관의 경우 소속사의 생산품목을 고려하여 평가 진행
 - ※ 필요시 인정서에 제한 범위를 표시함
3. 신청서 및 인정서에서는 IEC 62321의 정밀분석 해당항목만 접수/인정
 - ※ XRF Screening은 성적서로 인정 안하므로 KOLAS 인정제외
 - ※ Annex B의 육가 크로뮴의 경우 금속에 대한 정성시험방법은 인정제외

감사합니다!

Thank You!