



Briefrapport 609021065/2007

A.C.W. van de Beek

Bepaling loodgehalte in soldeer m.b.t. RoHS

Briefrapport 609021065/2007

Bepaling loodgehalte in soldeer m.b.t. RoHS

A.C.W. van de Beek

Contact:

A.C.W. van de Beek

Centrum Inspectie-, Milieu en Gezondheidsadvisering, IMG

Arnold.van.de.Beek@rivm.nl

Datum: 09-01-2008

IMD-vraagnummer: 3052

Dit onderzoek werd verricht in opdracht van de VROM-Inspectie Regio Zuid (Noord-Brabant en Limburg), in het kader van project M/609021/07/ZD - Ondersteuning regio Zuid.

© RIVM 2008

Delen uit deze publicatie mogen worden overgenomen op voorwaarde van bronvermelding: 'Rijksinstituut voor Volksgezondheid en Milieu (RIVM), de titel van de publicatie en het jaar van uitgave'.

1 Inleiding

Achtergrond

In het kader van handhaving van de EU-richtlijn 2002/95/EG, Restriction of use of certain Hazardous Substances (RoHS), heeft de VROM-Inspectie regio Zuid een aantal monsters ter analyse op het gehalte aan lood bij het RIVM aangeboden. Het gaat hier om speelgoedautootjes die mogelijk een hoog gehalte aan lood in solderingen bevatten. De VROM-Inspectie heeft op locatie middels een handheld-XRF (Röntgen Fluorescentie Spectrometer) hierin indicatief hoge gehalten aan lood vastgesteld. Op basis van deze indicatieve metingen kan de norm genoemd in de RoHS-richtlijn niet worden getoetst. De VROM-Inspectie wil een kwantitatieve analyse van het gehalte aan lood, zodat bij overschrijding van de RoHS-norm voor lood handhavend kan worden opgetreden.

Volgens de RoHS mag de maximumconcentratie aan lood van het homogeen materiaal niet meer bedragen dan 0,1 gewichtsprocent (1000 ppm). Onder homogeen materiaal wordt een enkelvoudige stof verstaan die (theoretisch) via mechanische weg van andere stoffen gescheiden kan worden.

Onderzoeksopdracht

De VROM-Inspectie verzoekt het RIVM het gehalte aan lood vast te stellen in de solderingen van de elektronische connecties van de speelgoedautootjes.

2 Projectaanpak

Als eerste is een methode ontwikkeld om het soldeer vrij te krijgen uit de elektronische connecties. Vervolgens is van het vrijgemaakte soldeermonster met behulp van een RIVM-XRF een elementscreening op lood uitgevoerd. Op deze wijze kan eenvoudig worden nagegaan of het loodsignaal, verkregen met de handheld-XRF op locatie, niet afkomstig is geweest van bv. het zich rondom de soldering bevindende kunststof. Tenslotte is het gehalte aan lood in de soldeermonsters bepaald met de techniek ICP-MS (Inductief gekoppeld Plasma Massa Spectrometrie), hiertoe dient het monster eerst te worden gedestruëerd door het op te lossen in zuur.

3 Monsters

D.d. 20-11-2007 zijn de volgende monsters van R. Feijen van de VROM-Inspectie regio Zuid door het RIVM in ontvangst genomen. Alle monsters zijn verzegeld in een plasticzak verpakt en ongeschonden ontvangen.

Tabel: de door VROM-Inspectie aangeboden monsters

Monstercode	Datum monstername	Zegelcode	Analyse
RFE-071106-KV-01	06-11-2007	00018362	X
RFE-071108-KV-01	08-11-2007	00018363	X
RFE-071120-KV-01	20-11-2007	00018387	X
RFE-071120-KV-04	20-11-2007	00018390	X
RFE-071120-KV-03-C	20-11-2007	00018389	
RFE-071120-KV-02-B	20-11-2007	00018388	
RFE-071120-KV-05-1A	20-11-2007	00018386	X
RFE-071120-KV-05-1B	20-11-2007	00075146	
RFE-071120-KV-05-1C	20-11-2007	00075075	
RFE-071120-KV-06-1A	20-11-2007	00075073	X
RFE-071120-KV-06-1B	20-11-2007	00075147	
RFE-071120-KV-06-1C	20-11-2007	00075074	

Van de monsters waarbij een “X” is aangegeven in de kolom “Analyse” zijn de soldeermonsters middels ICP-MS geanalyseerd op het gehalte aan lood. De overige monsters worden door het RIVM verzegeld in depot gehouden.

Omschrijving monsters

De monsters betreffen speelgoedautootjes met een afstandbediening die door middel van een snoer met elkaar zijn verbonden. Het analysemonster van elk monster betreft het soldeer uit de connecties van de draad met de afstandbediening en die met het elektromotortje uit de auto.

Monstervoorbewerking

Als eerste is de verzegeling van het te analyseren monster verbroken. Vervolgens zijn de afstandbediening en de auto open geschroefd om de twee elektronische connecties vrij te maken. Door verwarming van deze connecties door middel van een Bunsenbrander zijn eerst de elektrische draden uit de soldering verwijderd en vervolgens is het bolletje soldeer met een pincet van de metalen contactstrip geschraapt. Per auto zijn vier soldeerpunten (twee van de afstandbediening en twee van de connectie van de elektromotor) aanwezig. Het vrijgekomen soldeer van deze punten is samengevoegd tot één analysemonster per auto vanwege de geringe hoeveelheid vrijgekomen soldeer.

4 Analyse

XRF-screening

De elementscreening op lood is uitgevoerd met de energie dispersieve XRF/XEPOS 119703 met behulp van het meetprogramma Tqk90he.

Per monster is een elementspectrum in een micro-monstercup opgenomen van al het aanwezige soldeer. Doordat er slechts enkele zeer kleine bolletjes soldeer beschikbaar zijn, kan er middels deze techniek geen kwantitatieve rapportage worden gegenereerd van het gehalte aan lood doordat het monstercupje niet geheel gevuld kan worden. Wel kan een kwalitatieve uitspraak worden gedaan over de aanwezigheid van dit element. In alle gescreende monsters is zowel lood als tin aangetoond.

Analyse van lood middels ICP-MS

Voordat er een analyse van het gehalte aan lood in soldeer met behulp van deze ICP-MS techniek kan worden uitgevoerd moet het monster worden opgelost in zuur (destructie). Deze destructie wordt uitgevoerd door ca. 50 mg soldeermonster gedurende 120 minuten bij 103 °C op te lossen in 15 ml geconcentreerd salpeterzuur. Het destruaat is aangevuld tot 50 ml met Milli-Q water. Om het gehalte aan lood in de destruat te bepalen met behulp van ICP-MS zijn deze 10000 maal verdund gemeten.

Aantoonbaarheidsgrens

De analyses zijn uitgevoerd met een ICP-MS HP4500P. De aantoonbaarheidsgrens van het element lood gemeten met dit instrument bedraagt in een waterige oplossing 0,2 ug/l. Uitgaande van een minimum inweeg van een monster soldeer van 0,01g bij een eindvolume van het destruaat van 50 ml, bedraagt de aantoonbaarheidsgrens van het gehalte aan lood in soldeer 1 ug/g. Dit komt overeen met 1ppm of 0,0001%. Dit gehalte ligt zeer ruim onder het maximum toegestane gehalte aan lood dat wordt genoemd in de RoHS-richtlijn, deze meetmethode is dus gevoelig genoeg om de grenswaarde van 0,1% aan lood in soldeer te toetsen.

Kwaliteitsborging

Bij gebrek aan een gecertificeerd monster zijn voor kwaliteitsborging twee monsters soldeerdraad op de zelfde wijze geanalyseerd als de monsters om het gehalte aan lood vast te stellen. Van het monster "Referentie soldeer LVM-AC" is geen percentage aan lood bekend, het monster "Soldeer FB" is afkomstig uit een verpakking met daarop de vermelding Tin/Lood 40/60. Voor dit monster wordt een gehalte aan lood van 60% teruggevonden, wat overeenkomt met het op het etiket vermelde gehalte aan lood. Het bepaalde gehalte aan lood van het monster "Referentie soldeer LVM-AC" bedraagt 40%, dit is voor soldeer eveneens een bekend voorkomend gehalte aan lood.

Na afloop van de beschreven destructie met salpeterzuur bevatten alle oplossingen een neerslag. Dit neerslag bevat met name tinzouten. Het gevaar bestaat dat het gevormde neerslag lood kan insluiten, hieraan zijn indicatieve analyses verricht, deze wijzen uit dat er nagenoeg geen lood aanwezig is in de neerslag.

5 Resultaten

Tabel: Analyseresultaten gehalte aan lood in soldeermonsters

Monstercode	Inweeg monster soldeer in g.	Gehalte aan Pb % m/m
RFE-071106-KV-01	0,06876	73%
RFE-071108-KV-01	0,02565	77%
RFE-071120-KV-01	0,05684	80%
RFE-071120-KV-04	0,01189	77%
RFE-071120-KV-05-1A	0,04612	85%
RFE-071120-KV-06-1A	0,05774	82%
Ref soldeer LVM-AC	0,03174	40%
Soldeer FB	0,05140	60%

Alle zes bovengenoemde monsters soldeer afkomstig uit speelgoedauto's bevatten een gehalte aan lood variërend tussen de 73% en 85%.

6 Discussie

In dit speelgoed is de massa van de solderingen erg gering. Het was niet mogelijk om van iedere soldering afzonderlijk een monster voor de bepaling van het gehalte aan lood te verkrijgen. Voor elk stuk speelgoed is het soldeer van de vier solderingen samengevoegd tot één analysemonster.

Indien er monsters worden aangeboden met solderingen die nog kleiner zijn dan de solderingen van deze monsters, kan het verkrijgen van een analysemonster per item een probleem worden.

7 Samenvatting en conclusie

In dit onderzoek is het gebruikte soldeer in zes speelgoedauto's onderzocht op het loodgehalte. In de Restriction of use of certain Hazardous Substances (RoHS) is hiervoor een maximal gehalte van 0,1 gewichtsprocent opgenomen. Er is een methode ontwikkeld om het gehalte aan lood in soldeer te bepalen. De gehalten bedroegen 73 tot 85% en lagen dus boven de vermelde norm.

RIVM

Rijksinstituut
voor Volksgezondheid
en Milieu

Postbus 1
3720 BA Bilthoven
www.rivm.nl