

**プリント配線板用銅張積層板
フェノール採集法**

PHENOL COLLECTION METHOD FOR COPPER-CLAD LAMINATE

JPCA-ES07 -2007

まえがき

環境、化学物質、臭気対応の一環として低臭気フェノール樹脂銅張積層板が開発され、今後もその需要は増していくものと思われる。

しかしながら、フェノールの含有量測定方法が統一されないまま開発されていることも事実である。

そこで、当工業会に設置された基板材料 SC では、フェノール樹脂銅張積層板中にフェノールがどの位含有されているかに関して同定するために、この試験方法を提案するものである。

今回、(株)分析センターの協力を得て試験方法の確認を行い、規格化する事とした。

なお、この方法が唯一のものではないので、巻末の意見書にて、関係諸氏の意見を寄せられたい。

(社)日本電子回路工業会

プリント配線板規格部会／基板材料 SC

Preface

Phenol resin copper-clad laminates with low odor has been developed as part of environmental, chemical material, and odor responsiveness, and continued increase in demands for them is expected in the future. However, it is a fact that development has been carried out without consolidating its methods to measure phenol content in a material.

Given this factor, Base Material Sub Committee established in JPCA PWB Standard Committee should like to propose this test method to identify phenol contents of phenol resin copper-clad laminates.

JPCA decided to standardize this document with the assistance of Analysis Center Co., LTD.

The test method described in this document is certainly not the only method to measure phenol content in a material. We should like to appreciate to receive comments from those who use this document using the comment form attached at the end for further improvement of this document.

JPCA PWB Standards Committee
Base Materials Sub-Committee

プリント配線板規格部会／基板材料 Sub Committee

(順不同・敬称略)

	氏名	所属
部会長	松元 剛	住友ベークライト株式会社
副部会長	車谷 茂	新神戸電機株式会社
	池田 謙一	日立化成工業株式会社
	永田 守	ソニー株式会社
	橋本 浜穂	三菱ガス化学株式会社
	長谷 史郎	利昌工業株式会社
	原田 章治	ニッカン工業株式会社
	米本 神夫	松下電工株式会社
事務局	栗原 正英	社団法人日本電子回路工業会
	柴田 明一	社団法人日本電子回路工業会
	小泉 徹	社団法人日本電子回路工業会
	小幡 高史	社団法人日本電子回路工業会

JPCA PWB Standards Committee／Base Materials Sub-Committee

Chairman	Tsuyoshi Matsumoto	Sumitomo Bakelite Co., Ltd
Vice-Chairman	Shigeru Kurumatani	Shin-Kobe Electric Machinery Co., Ltd.
	Ken-ichi Ikeda	Hitachi Chemical Co., Ltd.
	Mamoru Nagata	Sony Corporation
	Hamaho Hashimoto	Mitsubishi Gas Chemical Co., Inc.
	Shirou Hase	Risho Kogyo Co., Ltd.
	Shoji Harada	Nikkan Industries Co., Ltd.
	Tatsuo Yonemoto	Matsushita Electric Works, Ltd.
	Masahide Kurihara	Japan Electronics Packaging and Circuits Association
	Akikazu Shibata	Japan Electronics Packaging and Circuits Association
	Toru Koizumi	Japan Electronics Packaging and Circuits Association
	Takafumi Obata	Japan Electronics Packaging and Circuits Association

制定・改正：制定：平成 19 年 5 月 24 日

作成者：社団法人 日本電子回路工業会（会長 安東 脩二）

この規格についてのご意見又はご質問は、(社)日本電子回路工業会（〒167-0042 東京都杉並区西荻北 3-12-2 回路会館 2 階）Tel 03-5310-2020, Fax 03-5310-2021, e-mail: std@jpca.org へ連絡して下さい。

目 次

1. 目的	1
2. 適用範囲	1
3. 分析方法	1
3.1 試料	1
3.2 装置および器具	1
3.3 試薬類	2
3.4 試料調整方法	2
3.5 検出および定量	3
3.6 フェノール含有量の算出	3

CONTENTS

1. PURPOSE	5
2. SCOPE	5
3. MEASUREMENT METHODS	5
3.1 Test specimens	5
3.2 Test devices	5
3.3 Reagents	6
3.4 Preparation of test solution	6
3.5 Measurement of phenol and quantitative analysis	7
3.6 Calculation of phenol content	7

J P C A 規格

プリント配線板用銅張積層板
フェノール採集法

JPCA-ES07

PHENOL COLLECTION METHOD FOR COPPER-CLAD LAMINATE

1. 目的

フェノール樹脂銅張積層板中にフェノールがどれだけ含有されているかに関して同定するための分析方法を定めることを目的とする。

2. 適用範囲

フェノール樹脂銅張積層板に適用する。

3. 分析方法

3.1 試料

試料には、1.6mm厚のフェノール樹脂銅張積層板を用いる。

銅はく（めっき）を有する試料をルータ加工によって表 3.1 に示した加工寸法に切断し、必要数を用意する。

* 試料は洗浄・乾燥など行わず、必ず受理状態で、所要の寸法に切断後 24 時間以内に測定すること。

表 3.1 加工寸法と必要数

加工寸法 (cm)	必要数 (枚)
1×1	20

3.2 装置および器具

- ① 高速液体クロマトグラフ
- ② ピンセット, ビニール手袋, ガーゼ等
- ③ 窒素ガス (純度 99.99%以上)
- ④ テドラーバッグ (30ℓ程度のもの)
- ⑤ チャコールチューブ
- ⑥ 加熱装置
- ⑦ ガラス容器 (U 字管)
- ⑧ アルミブロック
- ⑨ ガス洗浄瓶 (30mℓ)
- ⑩ ポンプ
- ⑪ 固相抽出カートリッジ
- ⑫ 濃縮管

3.3 試薬類

- ① 0.4W/V%水酸化ナトリウム水溶液（特級試薬を純水で希釈して調整）
- ② リン酸（特級試薬）
- ③ アセトニトリル（高速液体クロマトグラフ用）
- ④ 水（高速液体クロマトグラフ用または超純水）
- ⑤ 検量線用フェノール標準液（特級試薬を溶離液で希釈して適宜調整）

3.4 試料調整方法

- (1) フェノール採集装置概略図を図 3.1 に示す。
- (2) 図 3.1 にあるガラス容器内に 20 枚の試験片を導入して密閉する。
- (3) 試験片の入ったガラス容器を加熱装置に設置し、80℃に加熱する。
- (4) チャコールチューブ通気後の窒素ガスをガラス容器内に通気させ、80℃を維持したままガラス容器排気口からポンプにて 1ℓ/min の流速で 30 分吸引し、廃棄経路中に設置した 0.4W/V%水酸化ナトリウム水溶液入りガス洗浄瓶に加熱発生ガスを導入する。
- (5) この操作により得たフェノール捕集液をリン酸で PH 1 とし、さらに固相抽出法によりフェノールを捕集、濃縮する。
- (6) その後、アセトニトリルにて溶出、定容後、検液とする。

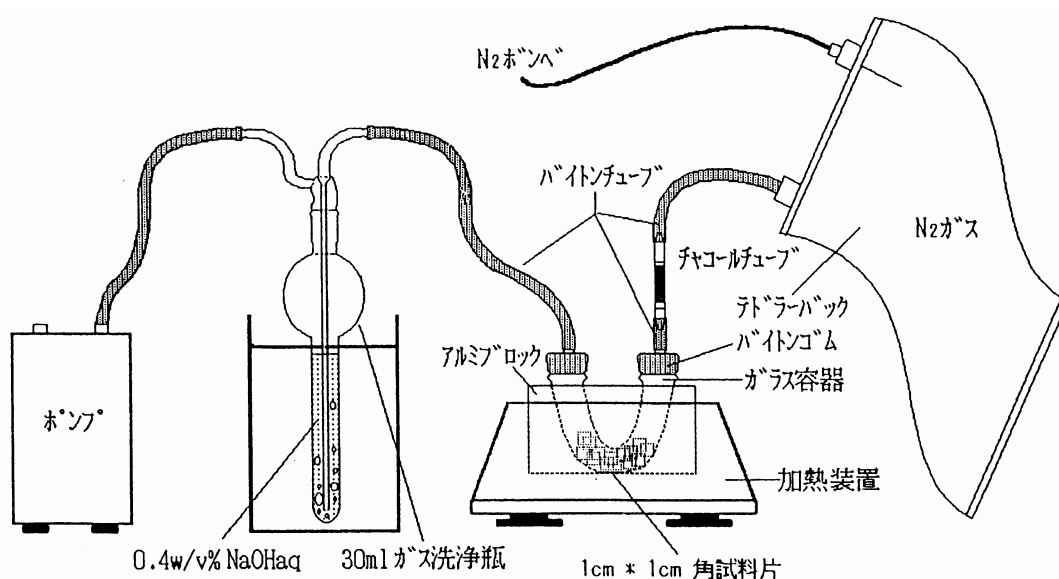


図 3.1 フェノール採集装置概略図

3.5 検出および定量

(1) 3.4項で収集した検液を、図3.2に示した高速液体クロマトグラフのインジェクタより注入する。

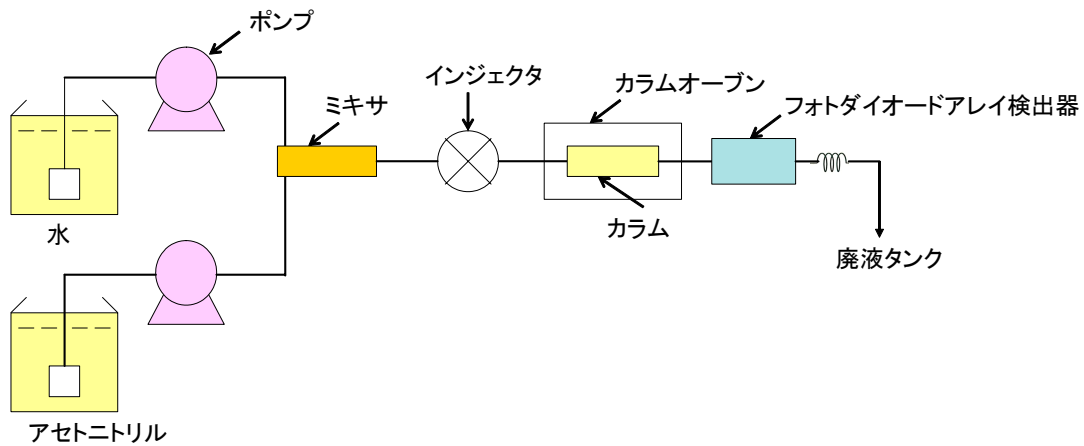


図 3.2 高速液体クロマトグラフの構成

- (2) 高速液体クロマトグラフの記録部から出力されたフェノールの紫外線吸収強度のピーク面積（またはピーク高さ）から、検量線法によりフェノール量を求める。
- (3) 同様にして空試験におけるフェノール量を求める。

表 3.2 に「高速液体クロマトグラフの測定条件」の一例を示した。測定条件は装置、試料の成分や組成および測定環境により適切な値を設定する。

表 3.2 高速液体クロマトグラフの測定条件一例

項目	内容
溶離液	水 + アセトニトリル または メタノール
溶離液混合比	40 : 60 ~ 80 : 20
溶離液流量	0.2ml /min ~ 1.0ml /min
カラム	逆相系 (ODS 等) 分析カラム, プレカラム
カラム温度	室温 ~ 40°C
検出器	紫外線吸光光度計, フォトダイオードアレイ

3.6 フェノール含有量の算出 フェノールの含有量を、次式によって算出する。

$$W=(A-B)/S$$

W : フェノールの含有量 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)

A : 検液におけるフェノール量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$) \times 定容量 (ml)

B : 空試験におけるフェノール量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$) \times 定容量 (ml)

S : 総試料面積 (cm^2)

JPCA Standard

PHENOL COLLECTION METHOD FOR COPPER-CLAD LAMINATE

JPCA-ES07

1. PURPOSE

It purposes to specify analysis method to define contained amounts of phenol in phenol resin copper-clad laminates.

2. SCOPE

This method is applicable to phenol resin copper-clad laminates.

3. MEASUREMENT METHODS

3.1 Test specimens

Phenol resin copper-clad laminates 1.6mm thick shall be used for the test.

Prepare necessary numbers of specimens, cutting the copper-plate boards in the processing size shown in Table 3.1.

*Test specimens should be in the condition as they have been accepted without washing or drying, and their contained amounts of phenol should be measured within 24 hours after cutting them in sizes required.

Table 3.1 Size and number of specimens

Size (cm)	Number
1×1	20

3.2 Test devices

- ① HPLC (High Performance Liquid Chromatograph)
- ② Tweezers, vinyl gloves, gauze, etc.
- ③ Nitrogen (N₂) gas (purity: more than 99.99%)
- ④ Tedlar bag(about 30ℓ)
- ⑤ Charcoal tube
- ⑥ Heating device
- ⑦ Glass container
- ⑧ Aluminum block
- ⑨ Gas washing bottle (30mℓ)
- ⑩ Pump
- ⑪ Solid phase extraction cartridge
- ⑫ Concentration tube

3.3 Reagents

- ① 0.4w/v% NaOHaq
- ② Phosphoric acid (special grade chemicals reagent)
- ③ Acetonitrile (for HPLC)
- ④ Water (for HPLC or extra-pure water)
- ⑤ Phenol standard solution for HPLC

3.4 Preparation of test solution

- (1) Phenol collection device is sketched in Figure 3.1 below.
- (2) Put 20 pieces of specimen in a glass container and close it.
- (3) Place the glass container in a heating device, and heat it at 80°C
- (4) Send nitrogen gas through a charcoal tube into the glass container. Using a pump, evacuate the gas from the outlet of glass container at a speed of 1 liter minute for 30 minutes, maintaining the temperature at 80°C, to lead the produced gas into a gas washing bottle containing sodium hydroxide aqueous solution (concentration 0.4w/v%), which is set the exhausting route.
- (5) This operation generates phenol solution, which then should be phosphated to be PH1. Collect and concentrate phenol should be by the solid phase extraction method.
- (6) Concentrated phenol should then be dissolved by acetonitrile, and be in constane volume for the HPLC.

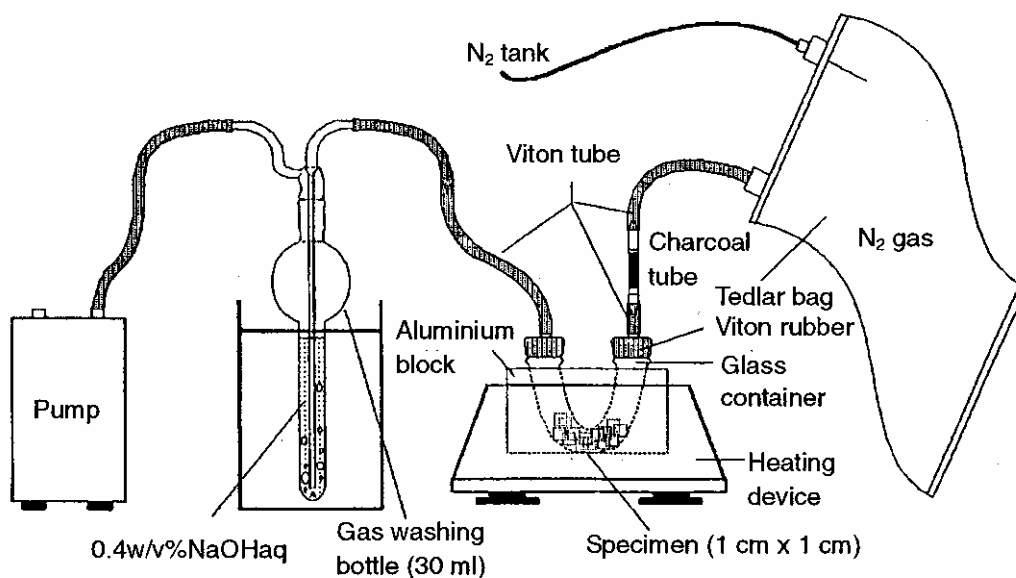


Figure 3.1 Phenol collection device

3.5 Measurement of phenol and quantitative analysis

(1) Inject the test fluid collected in clause 3.4 from the injector of the HPLC shown in Figure 3.2 below.

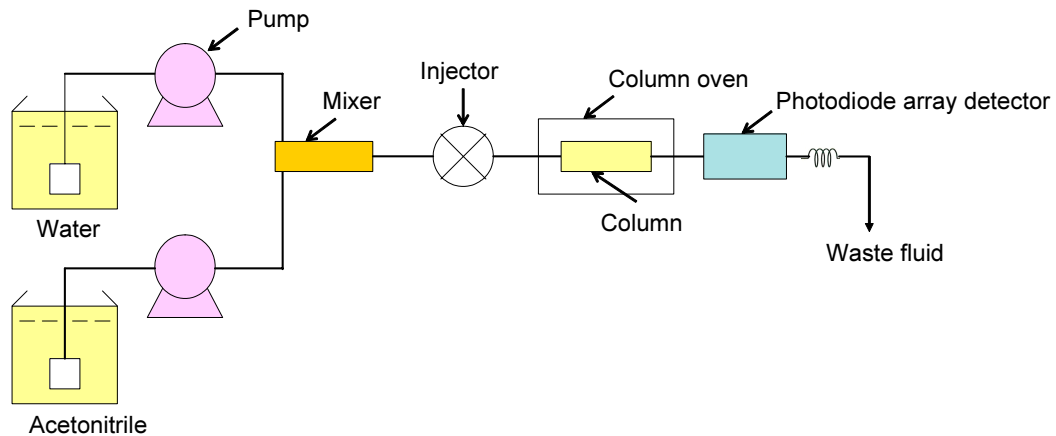


Figure3.2 HPLC configuration

(2) Inspect the peak area/height of phenol conductivity on the recorder and obtain phenol concentration by plotting a calibration curve.

(3) Follow the same step to make another fluid without using a test piece. Obtain phenol concentration of this fluid by comparing its conductivity with the standard solution.

Example of analyzing condition for the HPLC is summarized in Table 3.2 below. Analyzing condition depends on test devices, test pieces and their composition, and environment.

Table 3.2 Example of analyzing condition for the HPLC

Item/Material	Definition/Quantity
Eluant	Water+ acetonitrile or methanol
Eluant humidity mixing ratio	40:60 ~ 80:20
Eluant delivering rate	0.2ml/min ~ 1.0ml/min
Column	Reversed phase (ODS etc.) Pre-column, separation column
Column temprature	Ambient temprature ~40°C
Detector	UV absorbance spectrometer, Photodiode array

3.6 Calculation of phenol content

The concentration of phenol is calculated by the following equation.

$$W = (A-B)/S$$

W: Phenol contents in test pieces ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)

A: phenol concentration in the test solution($\mu\text{g}/\text{ml}$) \times constant volume(ml)

B: phenol concentration in blank solution ($\mu\text{g}/\text{ml}$) \times constant volume(ml)

S: total test specimens size (cm^2)

本書に関して、ご意見、ご要望等がありましたら、本用紙にご記入の上、工業会事務局（Fax 03-5310-2021, e-mail: std@jpca.org）までご送付下さい。次回改訂の際に参考とさせていただきます。

会社名		氏名	
		役職	
住所	〒 ☎		

————— 禁 無 断 転 載 —————

J P C A 規 格
プ リ ン ト 配 線 板 用 銅 張 積 層 板
フ ェ ノ ール 採 集 法

平成 19 年 5 月 24 日 第 1 版 第 1 刷 発 行

編 集 兼
長 嶋 紀 孝
発 行 人

発 行 所

社 団 法 人 日 本 電 子 回 路 工 業 会
〒 167-0042 東 京 都 杉 並 区 西 荻 北 3-12-2
回 路 会 館 2 階
Tel 03-5310-2020
Fax 03-5310-2021

J P C A 規 格 は , 工 業 所 有 権 (特 許 , 実 用 新 案 , 意 匠 , 商 標 そ の 他) の 抵 触 の 有 無 に 関 係 な く 制 定 さ れ て お り ,
J P C A 規 格 の 発 行 者 は , 工 業 所 有 権 に 関 す る 責 任 義 務 は 一 切 負 い ま せ ん 。

Copyright of this report belongs to the Japan Electronics Packaging and Circuits Association.
Reproduction in any way is forbidden without written permission from Japan Electronics Packaging and
Circuits Association.

Date of Issue: May 2007
Publishing Office: Japan Electronics Packaging and Circuits Association
Kairo Kaikan 2F, 12-2 Nishiogikita 3-chome,
Suginami-ku, Tokyo 167-0042 Japan
Phone: +81-3-5310-2020 Fax: +81-3-5310-2021
e-mail: std@jpca.org

JPCA