ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ IEC/PAS 62596-2012

Изделия электротехнические

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЕЩЕСТВ ОГРАНИЧЕННОГО ПРИМЕНЕНИЯ

Руководство по отбору проб

Вырабы электратэхнічныя

ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ РЭЧЫВАЎ АБМЕЖАВАНАГА ПРЫМЯНЕННЯ

Кіраўніцтва па адбору проб

(IEC/PAS 62596:2009, IDT)

Издание официальное

БЗ 3-2012



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.3:620.193(083.74)(476) МКС **13.020;** 43.040.10 КП 02 IDT

Ключевые слова: изделия электротехнические, изделия электронные, образец, отбор проб, вещества ограниченного применения

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 12 марта 2012 г. № 14

3 Настоящий стандарт идентичен международному документу IEC/PAS 62596:2009 Electrotechnical products. Determination of restricted substances. Sampling procedure. Guidelines (Изделия электротехнические. Определение содержания веществ ограниченного применения. Руководство по отбору проб).

Международный документ разработан техническим комитетом по стандартизации IEC/TC 111 «Стандартизация в области окружающей среды относительно электротехнических товаров и систем» Международной электротехнической комиссии (IEC).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного документа, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международного стандарта, на который даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылки на международный стандарт актуализированы.

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2012

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

Введение ... IV
1 Область применения ... 1
2 Нормативные ссылки ... 1
3 Термины, определения и сокращения ... 2
3.1 Термины и определения ... 2
3.2 Сокращения ... 3
4 Введение в отбор проб ... 3
4.1 Предварительное замечание ... 3
4.2 Требования и предосторожности в отношении регламентированных веществ ... 4
4.3 Сложность (композитный состав) электротехнических изделий и связанные с этим трудности ... 4
4.4 Стратегия отбора проб ... 5
5 Отбор проб ... 7
5.1 Предварительное замечание ... 7
5.2 Частичная разборка ... 8
5.2.1 Пример 1: Сотовый телефон типа А. Разборка без инструментов ... 8
5.2.2 Пример 2: Сотовый телефон типа В. Частичная разборка ... 9
5.3 Полная разборка ... 10
5.4 Частичное разделение ... 12
5.4.1 Предварительное замечание ... 12
5.5 Полное разделение ... 13
5.5.1 Предварительное замечание ... 13
5.5.2 Типичные примеры разделения на уровне компонентов ... 14
5.5.3 Примеры разделения на уровне основных материалов. Разделение чипов интегральных микросхем (ИМС) ... 15
5.6 Принципы отбора проб и разделения ... 18
5.6.1 Предварительное замечание ... 18
5.6.2 Требуемый размер пробы ... 18
5.6.3 Взаимосвязь размера пробы и предела обнаружения ... 19
5.6.4 Комбинированные испытания разделяемых проб ... 19
5.6.5 Неоднородные «гомогенные материалы» ... 20
5.6.6 Определение мест отбора проб гомогенных материалов ... 21
6 Выводы и рекомендации ... 22
Приложение А (справочное) Примеры процедур отбора проб и разделения ... 23
Приложение В (справочное) Вероятность присутствия регламентированных веществ ... 32
Приложение С (справочное) Комбинированные испытания и отбор комбинированных проб ... 35
Приложение D (справочное) Инструменты, используемые при отборе проб ... 37
Приложение Е (справочное) Использование метода РФ-скрининга при отборе проб ... 38
Библиография ... 46
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту ... 47

Введение

В электротехнической промышленности большое внимание уделяется минимизации воздействия ее продукции на окружающую среду. Утилизация и переработка отходов, потребление химикатов и энергоресурсов регулируется нормами. В частности, для электротехнических изделий применение материалов, содержащих свинец (Pb), ртуть (Hg), кадмий (Cd) и шестивалентный хром (Cr VI), а также два вида бромированных ингибиторов горения (полибромированных бифенилов – ПББ и полибромированных дифениловых эфиров – ПБДЭ), регламентировано региональным законодательством.

Для подтверждения соответствия этим требованиям по ряду причин может потребоваться проведение анализа электротехнических изделий с целью:

– дополнения паспортов материалов в цепи поставок;

– проведения анализа поставщиками для подтверждения деклараций поставляемых материалов;

– проведения выборочных проверок поставщиков для оценки соответствия;

– проведения испытаний в рамках деятельности уполномоченных органов по надзору за рынком.

В IEC 62321 установлены методы испытаний по определению шести регламентированных веществ в электротехнической продукции. Однако подготовка к анализу чрезвычайно важна для получения точных, воспроизводимых результатов. До появления настоящего стандарта практически отсутствовали рекомендации (руководства) или общепризнанные методики по порядку отбора проб электротехнической продукции.

Целью данного стандарта является дополнение IEC 62321 согласованным руководством по порядку отбора проб электротехнической продукции, сборочных узлов и компонентов для определения уровней регламентированных веществ.

Следует иметь в виду, что отбор проб и лабораторные испытания не являются единственным способом получения информации об уровнях содержания таких веществ в электротехническом изделии или компоненте. Практический опыт работы и сведения об используемых материалах могут исключить необходимость отбора проб и проведения испытаний. Например, ингибиторы горения не присутствуют в металлах. Кроме того, отчеты о лабораторных испытаниях и полученные паспорта (декларации) материалов могут быть использованы в качестве подтверждения того, что уровни содержания регламентированных веществ ниже допустимых предельных уровней.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Изделия электротехнические ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЕЩЕСТВ ОГРАНИЧЕННОГО ПРИМЕНЕНИЯ Руководство по отбору проб

Вырабы электратэхнічныя ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ РЭЧЫВАЎ АБМЕЖАВАНАГА ПРЫМЯНЕННЯ Кіраўніцтва па адбору проб

Electrotechnical products
Determination of restricted substances
Guidelines for sampling procedure

Дата введения 2012-09-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на электротехнические изделия, их составные части, комплектующие изделия, электронные сборочные узлы, компоненты.

Настоящий стандарт устанавливает общие положения и порядок отбора проб, которые могут быть использованы для лабораторных испытаний по определению уровней содержания веществ ограниченного применения (далее – регламентированных веществ) в соответствии с методами испытаний, установленными в IEC 62321. Ограничения на содержание регламентированных веществ отличаются в различных географических регионах и меняются со временем.

В настоящем стандарте дается общее описание процесса отбора проб любого вещества, содержание которого может ограничиваться.

Настоящий стандарт не устанавливает:

– полного руководства по каждому изделию, которое может быть отнесено к электротехническому оборудованию. Учитывая большое разнообразие электротехнических компонентов с различной структурой и принципом работы, а также постоянные изменения, происходящие в данной сфере, не представляется возможным установить процедуры отбора проб для всех видов компонентов;

– процедур анализа для измерения уровней содержания регламентированных веществ. Методы проведения испытаний устанавливает IEC 62321;

– руководства по оценке соответствия;

– руководства по другим способам сбора дополнительной информации о содержании регламентированных веществ в продукции, несмотря на то, что собираемая информация имеет отношение к стратегии отбора проб по настоящему стандарту;

– процедуры отбора проб упаковки и упаковочных материалов;

– инструкции по безопасной разборке и механическому разделению изделий, относящиеся к электротехнической продукции (например, ртутьсодержащих выключателей) и к ее утилизации и переработке (например, порядок обращения с ЭЛТ или безопасной утилизации аккумуляторов).

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный стандарт (документ). Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта (документа), для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (документа) (включая все его изменения).

IEC 62321:2008 Изделия электротехнические. Определение уровней шести регламентированных веществ (свинца, ртути, кадмия, шестивалентного хрома, полибромбифенилов, полибромированных дифениловых эфиров)

Издание официальное

3 Термины, определения и сокращения

3.1 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термины с соответствующими определениями, установленные в IEC 62321, а также следующие:

3.1.1 электронный сборочный узел (electronic assembly): Совокупность компонентов, по меньшей мере один из которых является электронным устройством, в которых отдельные части могут быть заменены без повреждения сборочной единицы (IEC 60730-1:1999, 2.5.9).

Пример – Группа компонентов, смонтированных на печатной плате.

3.1.2 электронные компоненты (electronic components): Электрические или электронные устройства, которые не могут быть разобраны без разрушения или ущерба для выполнения своих функций. Иногда их называют электронными частями или радиодеталями (IEC 62239:2008, 3.1.5).

Пример – Резисторы, конденсаторы, диоды, интегральные микросхемы, гибридные и заказные интегральные микросхемы, соленоиды и реле.

3.1.3 комбинированные испытания (composite testing): Испытания двух (или более) материалов в составе одного образца (пробы), который при необходимости может быть механически разделен.

3.1.4 электроника (electronics): Электронный сборочный узел, электронный компонент и/или типовой элемент замены.

3.1.5 типовой элемент замены (field replaceable unit); **ТЭЗ:** Деталь, компонент или подузел, который просто извлекается (механически разделяется) с использованием обычных (стандартных) инструментов

(IEC Guide 114:2005, 3.7).

Примечание – «Простое извлечение» предполагает использование обычных инструментов для выполнения таких операций, как откручивание, вывинчивание или отсоединение, но обязательно без необратимого разрушения узла.

3.1.6 разборка (disassembly): Процесс демонтажа электротехнического изделия, возможно, с использованием обычных ручных инструментов, например отвертки, пассатижей и ключей.

Примечание – Разобранный узел теоретически может быть собран заново и приведен в работоспособное состояние.

3.1.7 разделение (disjointment): Процесс отделения материалов посредством таких механических операций, как откручивание, вывинчивание, резка, стачивание, соскабливание и абразивное истирание.

Примечание – Разделенная деталь или сборочный узел не могут быть заново собраны в работоспособный узел.

3.1.8 гомогенный материал (homogeneous material): Материал, который не может быть механически разделен на другие (составляющие) материалы.

Примечание 1 – Термин «гомогенный» означает «имеющий однородный состав по всему объему». Примерами «гомогенных материалов» являются различные виды пластика, керамики, стекла, металла, сплавов, бумаги, картона, смол и покрытий (лакокрасочных материалов).

Примечание 2 – Термин «механически разделенный» означает, что материал в принципе может быть разделен такими механическими способами, как откручивание, резка, скалывание (дробление), стачивание и абразивное истирание.

3.1.9 большая (бесконечная, неограниченная) толщина (infinite thickness); критическая толщина: Толщина образца, которая при увеличении не дает роста интенсивности измеренного рентгеновского излучения от образца вследствие его поглощения в толще образца. Эта толщина зависит от энергии рентгеновского излучения.

3.1.10 отбор проб (sampling): Процесс выбора репрезентативного элемента или части (сегмента) изделия (любого электротехнического устройства) с целью определения аналитическим способом концентраций регламентированных веществ. Отбор проб может выполняться путем выделения сегмента объекта либо путем разборки и разделения.

Примечание – Репрезентативная часть или секция может быть выводной рамкой интегральной микросхемы или пластмассовой оплеткой электрического кабеля.

3.1.11 исследование (скрининг) (screening): Аналитическая процедура определения присутствия или отсутствия веществ в репрезентативном элементе или части (сегменте) изделия по отношению к величине или величинам, принятым в качестве критерия принятия решения.

Примечание – Если выбранный метод исследования (скрининга) не дает убедительных результатов, то может потребоваться дополнительный анализ или другие мероприятия для принятия окончательного решения о присутствии или отсутствии веществ.

3.2 Сокращения

ААС – атомно-абсорбционная спектроскопия;
ААС-ХП – атомно-абсорбционная спектрометрия холодного пара;
АБС – акрилонитрилбутадиенстирол;
АФС – атомно-флуоресцентная спектроскопия;
ВДРФ – волнодисперсионная рентгеновская флуоресценция;
ГХМС – газовая хроматографическая масс-спектрометрия;
ЖКД – жидкокристаллический дисплей;
ЖУФХВР – жидкостная ультрафиолетовая хроматография высокого разрешения;
ИМС – интегральная микросхема;
ИСП-ОЭС – оптическая эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой;
ИСП-МС – масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой;
КК – контроль качества;
НПО – нижний предел обнаружения;
ПББ – полибромированный бифенил;
ПБДЭ – полибромированный дифениловый эфир;
ПВХ – поливинилхлорид;
ПК – поликарбонат;
ПП – печатная плата;
ПЭВП – полиэтилен высокой плотности;
РФ – рентгеновская флуоресценция.
СЭМ-ЭДРФ – сканирующая электронная микроскопия – энергодисперсионная рентгеновская флуоресценция;
ТЭЗ – типовой элемент замены;
УПС – ударопрочный полистирол;
ЭДРС – энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия;
ЭДРФ – энергодисперсионная рентгеновская флуоресценция;
ЭЛТ – электронно-лучевая трубка (телевизионная);
ASTM – (American Society for Testing and Materials) Американское общество по испытаниям и материалам;
BGA – [(Ball grid array (electronic component)] шариковые выводы (электронных компонентов);
DIP – [(Dual-in-line package (electronic component)] корпус с двухрядным расположением выводов (DIP-корпус интегральных микросхем);
DVD – цифровой многоцелевой диск (компакт-диск DVD-формата);
GLP – (Good laboratory practice) надлежащая лабораторная практика;
MQCA – (Minimal quantity for chemical analysis) минимальное количество для химического анализа;
PDA – (Personal digital assistant) электронная записная книжка (карманный персональный компьютер, наладонник, персональный цифровой органайзер);
RoHS-вещества – вещества, подпадающие под действие Директивы 2002/95/ЕС Европейского парламента и Совета от 27 января 2003 г. по ограничению использования определенных опасных веществ в электрическом и электронном оборудовании;
SMD – (Surface mounted device) компонент поверхностного монтажа;
TFT – (Thin film transistor) тонкопленочный транзистор.

4 Введение в отбор проб

4.1 Предварительное замечание

Отбор проб – это первый этап анализа электротехнической продукции на присутствие регламентированных веществ. Стратегия и процесс отбора проб часто так же важны, как и сам их анализ (испытания, измерения). Эффективная стратегия отбора проб требует четкого представления об электротехническом изделии, о целях анализа и требованиях, которые должны быть соблюдены.

Отбор проб и испытания на регламентированные вещества выполняются по различным причинам, в числе которых:

– взаимодействие между компаниями при производстве (например, контракт между изготовителями компонентов и конечного (комплектного) оборудования);

– установление соответствия нормируемым предельным значениям;

– расследование/экспертиза (почему изделие не отвечает контрактным или законодательным требованиям, когда имело место несоответствие и каково количество несоответствующих изделий).

4.2 Требования и предосторожности в отношении регламентированных веществ

Принимая во внимание, что законодательство многих стран, промышленные предприятия при кооперации и прочие заинтересованные стороны могут использовать собственные требования, настоящий стандарт не имеет целью обсуждение всего этого многообразия в полном объеме. Однако знание о различных предельных уровнях для регламентированных веществ является важным шагом в разработке стратегии отбора проб. В данном подразделе выделены представляющие интерес нижеперечисленные вопросы из числа основных в части требований к регламентируемым веществам.

1 Регламентированные вещества: Не все географические регионы и не все промышленные предприятия регламентируют одни и те же вещества. Например, в некоторых регионах регламентировано использование только некоторых ПБДЭ-соединений, тогда как в других действуют более широкие ограничения в отношении этого класса ингибиторов горения. При отборе проб изделия, компонента и т. п. важно учитывать действующие законодательные требования.

2 Допустимые предельные уровни для регламентированных веществ: В общем допустимые уровни большинства регламентированных веществ составляют менее 1000 мг/кг. В некоторых географических регионах и на промышленных предприятиях установлены предельные значения ниже 1000 мг/кг. Для некоторых видов продукции предельные уровни для регламентированных веществ выше 1000 мг/кг, например свинец в медных и алюминиевых сплавах.

3 Применение допустимого уровня: Порядок применения допустимого уровня регламентированного вещества к электротехническому изделию определяет стратегию отбора проб и то, как интерпретируются результаты испытаний. Во многих географических регионах допустимые предельные значения применяются к «гомогенным материалам». В данном стандарте «гомогенный материал» (3.1.8) определен как материал, который не может быть механически разделен на другие материалы. Однако термин «гомогенный материал» неодинаково интерпретируется в различных регионах. В некоторых регионах гомогенным считают наименьшее возможное количество материала (например, соединительные провода в полупроводниковых чипах толщиной всего в несколько микрон), тогда как в других регионах стараются придерживаться более практичного подхода.

4 Применяемые исключения: Некоторые виды электротехнической продукции освобождаются от требований в отношении регламентированных веществ. Такие исключения могут быть основаны на различных причинах, включая область применения (например, военные цели), применяемые материалы (например, припой с высокой температурой плавления), объем проб или электрические свойства изделия.

4.3 Сложность (композитный состав) электротехнических изделий и связанные с этим трудности

Композитный характер электротехнической продукции также является важным фактором при разработке стратегии отбора проб. Этот аспект важно учитывать при практическом осуществлении отбора проб и анализа. Следующие элементы считаются значимыми для анализа и отбора проб:

1 Миниатюризация: Миниатюризация – одна из основных тенденций в электротехнической промышленности. Это означает, что возрастающий набор функций реализуется при уменьшающихся размерах. С каждым годом используется все больше компонентов и материалов из расчета на квадратный сантиметр площади ПП. Отбор проб для измерений из такого малого количества материала представляет трудности. Например, размер компонентов поверхностного монтажа (SMD) слишком мал для разделения или расчленения, а размер образца (пробы), оставшегося после разделения или расчленения, часто слишком мал и не отвечает требованиям достоверного анализа.

2 Число гомогенных материалов: Многие компоненты имеют сложную структуру и состоят из нескольких слоев различных материалов. Типичным становится наличие в одном компоненте (интегральной микросхеме) более 10 – 20 слоев материала, а многие электротехнические изделия или сборочные узлы состоят из сотен или тысяч компонентов. Это означает, что одно электротехническое изделие может содержать от 1000 до более 10000 гомогенных материалов. Часто гомогенные материалы настолько плотно прилегают друг к другу, что чистое их разделение практически не представляется возможным (см. рисунок 15). Опыт показал, что состав часто меняется вследствие молекулярной диффузии материалов (например, на состав покрытия оказывает влияние материал основы, содержащий свинец). Подобным образом существующие электротехнические изделия состоят из множества компонентов и частей. Обычный телевизор или ноутбук, например, содержит тысячи частей/компонентов.

Таким образом, проектная база данных для любого изготовителя конечного (комплектного) оборудования может включать в себя десятки тысяч компонентов. В разделе 5 это более подробно показано на примере разборки мобильного телефона.

3 «Невидимые» вещества: Еще одним фактором, затрудняющим отбор проб и анализ, является тот факт, что регламентированные вещества обычно визуально неразличимы. Компонент, содержащий регламентированное вещество, выглядит и работает абсолютно так же, как и «чистый» компонент. Присутствие или отсутствие регламентированных веществ может изменяться от партии к партии в процессе производства без каких-либо заметных признаков. Несмотря на то, что имеются некоторые видимые признаки наличия регламентированных веществ (например, желтый налет на стальных изделиях предполагает наличие шестивалентного хрома), визуальное обнаружение практически невозможно.

4 Вариации (разброс) между партиями: Большинство изготовителей сборочных изделий используют комплектующие одновременно от нескольких поставщиков, например кабели, резисторы и конденсаторы. Комплектующие компоненты смешиваются в процессе производства, поскольку технически они являются полностью взаимозаменяемыми, если они соответствуют общей спецификации. Однако в большинстве случаев они не являются химически идентичными. Более того, опыт показывает, что изготовители комплектующих компонентов могут менять исходные материалы или применяемое сырье (например, в случае дефицита), что также ведет к изменению химического состава. Уведомления о таких изменениях не всегда поступают, если компонент все же отвечает техническим требованиям.

5 Длинная цепь поставок: В производстве электронных компонентов используется сложная цепь поставок. Для относительно простой продукции, например внешнего кабеля, может потребоваться цепь поставок, состоящая не менее чем из семи звеньев. Цепь поставок для более сложного компонента, например ЖКД или ИМС, существенно более сложна.

Эти характеристики электротехнической отрасли показывают, что работа с регламентированными веществами, а также отбор проб и анализ не являются простой задачей. Размер и количество компонентов, сложность цепи поставок не позволяют раз и навсегда определить места нахождения регламентированных веществ в электротехнической продукции. Успешная реализация отбора проб и испытаний на уровне гомогенного материала на верхних уровнях цепи поставок (в области готовой продукции) для сложных изделий практически нереальна.

4.4 Стратегия отбора проб

Несмотря на то, что при отборе проб могут использоваться различные подходы в зависимости от широкого ассортимента электротехнической продукции, можно описать общую процедуру, которая будет применима в большинстве случаев. Она показана на рисунке 1.

Процесс, показанный на рисунке 1, может иметь несколько итерационных циклов, в том числе:

– 1-я итерация: частичная разборка (см. 5.2);

– 2-я итерация: полная разборка (см. 5.3);

– 3-я итерация: частичное разделение (см. 5.4);

– от 4 до N итераций: полное разделение (см. 5.5).

Эти итерационные шаги подробнее описаны в разделе 5.

Разработка стратегии отбора проб для конкретного электротехнического изделия/части/узла начинается этапом сбора информации. Некоторые вопросы, которые необходимо учесть:

– Какова сложность изделия/части/узла и целесообразно ли рассматривать отбор проб и испытания на уровне гомогенного материала?

– Какие вещества являются регламентированными?

– Каковы допустимые предельные значения для этих регламентированных веществ?

– Имеются ли соответствующие исключения для регламентированных веществ?

– Имеется ли ведомость (спецификация) материалов для компонентов/узлов/материалов в изделии?

– Имеются ли спецификации/чертежи компонентов?

– Какова сложность цепи поставок для компонентов и материалов в данном изделии?

– Имеются ли паспорта материалов для данного изделия?

– Имеется ли какой-либо опыт оценки данного изделия или аналогичной продукции, который может быть полезен?

– Имеются ли какие-либо опубликованные таблицы вероятности присутствия веществ для материалов или частей, используемых в данном изделии?

– Проводились ли ранее исследования (скрининг) (например, РФ-анализ) данного изделия или аналогичной продукции, которые могут быть полезны?

– Имеется ли какая-либо информация о процессе производства материалов/компонентов (изготовление металлов или производство ИМС), используемых в данном изделии или аналогичной продукции, которая может быть полезной?

– Имеется ли какой-либо технологический контроль у поставщиков компонентов или материалов (уровень доверия изготовителю)?

– Имеются ли какие-либо опасения, связанные с прошлым опытом работы с поставщиком компонентов или материалов?

Ответы на эти вопросы, а также другие характеристики определяют стратегию отбора проб.

Место организации в цепи поставок определяет, какой объем отбора проб является достаточным.

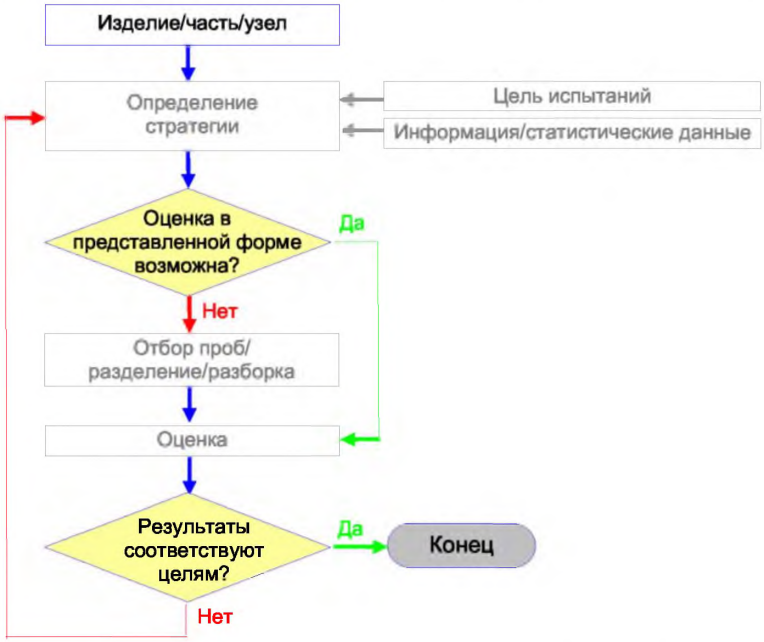


Рисунок 1 – Общая итерационная процедура отбора проб

Разрешение на производство изделий/компонентов и т. п. требует более глубокой стратегии отбора проб, чем эпизодические проверки по спецификациям. С целью оптимизации расходов и повышения эффективности необходимо понимать требуемый результат испытаний. Как указывалось ранее, отбор проб и испытание всех компонентов/материалов часто являются нецелесообразным. Организации самостоятельно определяют оптимальный баланс усилий/затрат и эффективности стратегии отбора проб. Некоторые меры по минимизации усилий/затрат на отбор проб/испытания перечислены ниже:

– гомогенные материалы с низкой вероятностью содержания регламентированных веществ (см. приложение В);

– действующие исключения для регламентированных веществ;

– паспорта материалов;

– статистические данные испытаний;

– отбор комбинированных проб и комбинированные испытания (см. 5.6 и приложение С);

– минимальный размер пробы, необходимый для проведения лабораторных испытаний, и количество проб, необходимое для определения практической выполнимости испытаний.

Стратегия отбора проб сильно зависит от конечной цели анализа. Одной из стратегий (возможно, используемой контрольными органами) может быть анализ для определения, содержит ли изделие по меньшей мере одно регламентируемое вещество в количестве, превышающем допустимый предельный уровень. При таком подходе используется последовательный, выборочный отбор проб, нацеленный намеренно на части изделия, для которых имеются данные о том или вероятность того, что они содержат регламентированные вещества. После каждого этапа отбора проб может следовать

анализ. Если результаты показывают отсутствие регламентированных веществ в количестве, превышающем допустимое предельное значение, возможно выполнение следующего этапа отбора проб и анализа. Если результаты испытаний превысят допустимое предельное значение хотя бы по одному регламентированному веществу в любой части изделия, такое изделие признается несоответствующим и дальнейший отбор проб и анализ не требуется. В приложении В приводится список компонентов, в которых вероятно присутствие одного или нескольких из шести регламентированных веществ.

Вторая стратегия может использоваться для подтверждения полного соответствия изделия вплоть до уровня гомогенных материалов. Этот подход может быть стандартным для изготовителя изделий или компонентов. Готовятся пробы каждого отдельного материала или компонента. Поскольку целью является охватить все компоненты и материалы в изделии/сборочном узле, могут использоваться другие способы сбора информации на уровне изделия. В дальнейшей цепи поставок может быть в наличии технологическая документация и/или аналитические отчеты, которые позволят сократить усилия, затрачиваемые на отбор проб и анализ.

После определения цели анализа выполняется оценка осуществимости испытаний (например, достаточен ли вес/размер/объем пробы). Может потребоваться дальнейший отбор проб и разделение, причем возможно полное разделение либо выбор лишь тех материалов, которые с высокой вероятностью содержат регламентированные вещества. Таблицу В.1 можно использовать в качестве пособия при идентификации таких компонентов и материалов.

Если испытания могут быть проведены, необходимо следовать соответствующей процедуре испытаний. Если в изделии/детали присутствуют регламентированные вещества, к ним могут применяться исключения (некоторые примеры приведены в таблице В.1).

На схеме рисунка 1 приведен повторяющийся процесс получения проб на все более глубоком уровне. Насколько далеко продвинется этот процесс, будет зависеть от цели стратегии отбора проб. После этапов исследования (скрининга) могут быть предприняты дальнейшие лабораторные испытания.

5 Отбор проб

5.1 Предварительное замечание

Настоящий стандарт дает только общее руководство по отбору проб, которое призвано заложить основу стратегии отбора проб, пригодной для электротехнической продукции.

По возможности отбор проб следует осуществлять минимальными этапами разборки и разделения. За каждым этапом следует оценка его эффективности (см. блок-схему на рисунке 1) обычно посредством скрининг-анализа. В зависимости от результатов оценки и целей анализа может потребоваться дальнейшая разборка и отбор проб, в особенности для контрольного анализа компонентов/материалов изделия. Этот подход к отбору проб и оценке обеспечивает наименее затратный, наиболее быстрый и самый эффективный способ анализа, особенно тогда, когда он проводится на готовой продукции.

Огромное количество видов и разнообразие ассортимента электротехнической продукции делает нецелесообразными попытки создания подробных стратегий отбора проб для каждого изделия. Вместо этого процедуры отбора проб, охватывающие четыре уровня разделения и отбора проб, описаны для двух изделий:

– сотовый телефон;

– печатная плата (ПП).

Сотовый телефон – это компактное и сложное изделие, состоящее из множества компонентов малого размера. Поэтому процедура отбора проб такого изделия является хорошим примером того, как могут разрабатываться стратегии отбора проб практически для каждого электротехнического изделия.

В приложении А представлены общие блок-схемы отбора проб, основанные на рисунке 1, для некоторых характерных электротехнических изделий: DVD-проигрывателя, ЭЛТ, ЖК-телевизора, PDA/телефона и настольного вентилятора, наряду с двумя компонентами – толстопленочным резистором и потенциометром (переменным резистором) в корпусе SMD. В приложении D перечислены некоторые инструменты, широко используемые для разборки и разделения, а в приложении Е описано применение методики РФ-скрининга при отборе проб.

Примечание – В процессе разделения используется несколько инструментов. При оценке регламентированных веществ настоятельно рекомендуется убедиться, что в инструментах отсутствуют регламентированные вещества, во избежание загрязнения.

5.2 Частичная разборка

Отбор проб комплектного изделия – это первый этап итерационной стратегии отбора проб. Он предполагает, что репрезентативные части изделия могут быть проанализированы без разборки или разделения, т. е. неразрушающим способом. Даже если мы решим разобрать изделие, чтобы получить доступ к его подузлам, мы все же можем испытать их неразрушающим способом.

Однако «комплектное изделие» – это относительное понятие. Например, шнур питания переменного тока является комплектным изделием для его изготовителя, но представляет собой лишь компонент для телевизора. Комплектные изделия могут быть оценены без разборки, если они имеют очень простую конструкцию либо если известны места предполагаемого нахождения регламентированных веществ и имеется возможность провести испытания на их содержание без разборки. Примерами таких изделий являются шнуры питания, кабели для принтеров или других периферийных устройств, корпуса оборудования и т. п. Однако даже кажущиеся простыми изделия, такие как шнур питания, могут состоять из 10 – 20 различных гомогенных материалов.

Перед отбором проб необходимо ответить на следующие вопросы:

1 Исходя из информации об изделии, можно ли определить, что какие-либо секции/части, вероятно, содержат регламентированные вещества (см. приложение В)?

2 Осуществим ли анализ каких-либо из этих секций/частей без разборки?

3 Можно ли рассматривать выбранную секцию/часть в качестве гомогенного материала в целях анализа?

4 Является ли выбранная для анализа секция/часть типичным представителем?

5 Удовлетворяет ли выбранная проба критериям минимальной массы, площади, толщины или объема, требуемым для используемых методов анализа?

Если на все эти вопросы дается утвердительный ответ, то стратегия отбора проб может начаться с разборки и анализа комплектного изделия.

5.2.1 Пример 1: Сотовый телефон типа А. Разборка без инструментов



Рисунок 2 – Сотовый телефон с зарядным устройством и крышкой объектива камеры

Данный сотовый телефон предоставляет ограниченные возможности для анализа в качестве комплектного изделия. Зарядное устройство содержит не менее шести отдельных зон, которые изготовлены из различных материалов, и может быть подвергнуто скринингу без разборки. Заднюю крышку телефона можно снять и извлечь аккумулятор телефона. Поскольку наружная сторона задней крышки покрыта металлом, ее анализ (скрининг) следует провести на обеих сторонах. Такая частичная разборка сотового телефона является предельно возможной без использования инструментов, как показано на рисунке 3.

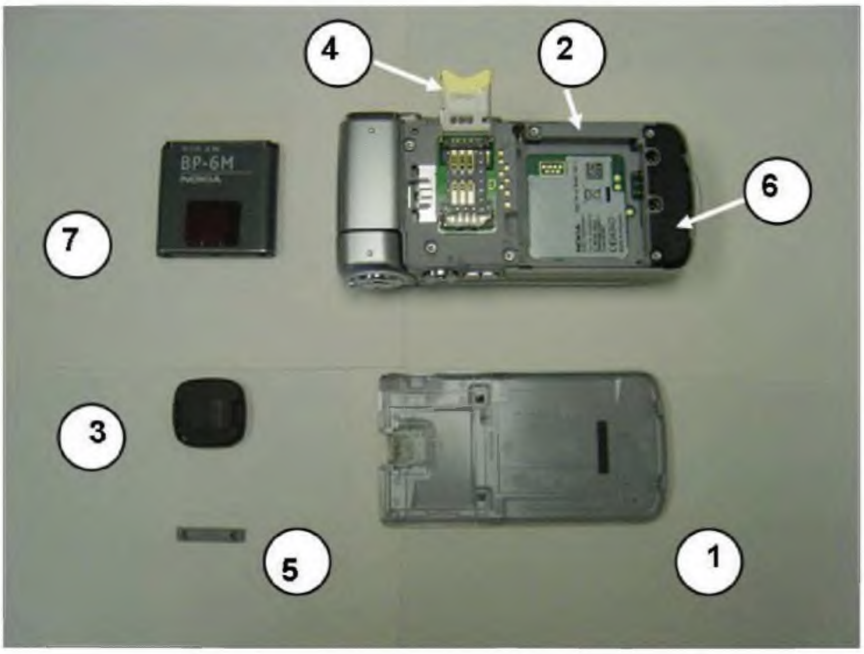


Рисунок 3 – Сотовый телефон с аккумулятором и снятой задней крышкой

Таблица 1 – Возможные регламентированные или контролируемые вещества, содержащиеся в сотовом телефоне

Номер пробы	Компонент/сборочный узел	Материалы	Вероятность присутствия [a]	Элементы, относящиеся к регламентированным веществам [b]	Выбор для анализа
1	Пластиковая задняя крышка	Полимер	Средняя	Pb, Br	См. 4.3
2	Пластиковый корпус телефона	Полимер	Средняя	Pb, Br	См. 4.3
3	Пластиковая крышка для объектива	Полимер	Средняя	Pb	См. 4.3
4	Металлический зажим для SIM-карты	Полимер	Низкая	Cr, Cd	См. 4.3
5	Крышка COM-порта	Полимер	Средняя	Pb, Br	См. 4.3
6	Пластиковая деталь корпуса	Полимер	Средняя	Pb, Br	См. 4.3
7	Аккумулятор	Сложный	Высокая	(Cd, Pb, Hg)	См. 4.3
Пробы, обозначенные на рисунке 3, могут быть подвергнуты скринингу напрямую. В 4.3 приведены указания по дальнейшим действиям.					

[a] Вероятность присутствия обозначает возможность обнаружения указанных регламентированных веществ.
[b] Присутствие Br (брома) может указывать на использование регламентированного бромированного ингибитора горения.

5.2.2 Пример 2: Сотовый телефон типа B. Частичная разборка

В данном пункте описывается процесс разборки другого сотового телефона с использованием только простых инструментов, таких как отвертки. Обратите внимание на то, что после разборки телефона его части можно легко собрать, и телефон будет исправно работать.

Вначале можно отделить основные части и компоненты, как показано на рисунке 4. В данном случае такими частями являются TFT-дисплей, клавиатура, нижняя часть корпуса, основная ПП, корпус/рамка согласно таблице 2.

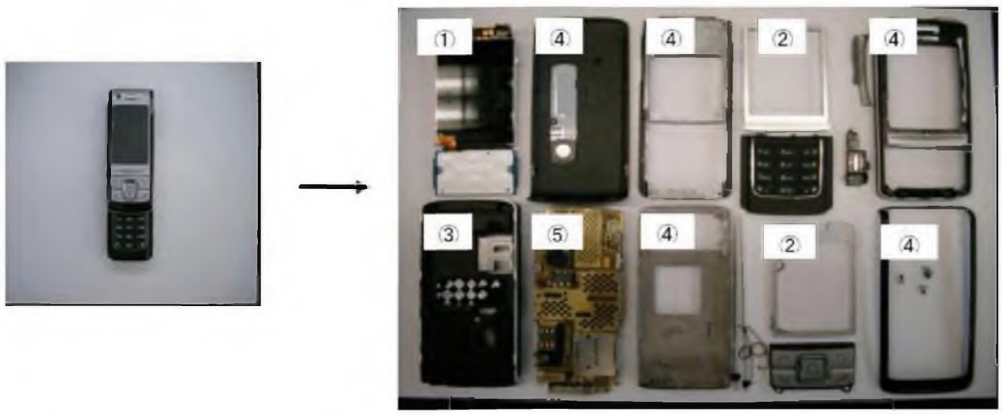


Рисунок 4 – Частичная разборка сотового телефона (тип B) на его основные компоненты

Таблица 2 – Возможные регламентированные вещества в основных компонентах сотового телефона

Номер пробы	Компонент/сборочный узел	Материалы	Вероятность присутствия [a]	Элементы, относящиеся к регламентированным веществам [b]	Выбор для анализа
1	TFT-дисплей	Полимер/стекло/ металл	Средняя	Pb	После дальнейшей разборки или разделения
2	Клавиатура	Полимер	Высокая	Cd, Hg	Требуется дальнейшая разборка
3	Нижняя часть корпуса	Полимер	Высокая	Cd, Br	Да
4	Остальной корпус/рамка	Полимер	Высокая	Cd, Br	Да
5	Основные ПП	Большое число различных материалов (стекловолокно, медь)	Высокая	Pb, Br, Hg	После дальнейшей разборки или разделения

[a] Вероятность присутствия обозначает возможность обнаружения указанных регламентированных веществ.
[b] Присутствие Br (брома) может указывать на использование регламентированного бромированного ингибитора горения.

Не все компоненты сотового телефона, полученные в результате такой частичной разборки, пригодны для прямого анализа. TFT-дисплей и ПП представляют собой сложные структуры, содержащие множество различных материалов. Их конструкция и размер затрудняют проведение анализа материалов без дальнейшей разборки/разделения независимо от используемого метода анализа. Однако если первым этапом анализа является РФ-скрининг, то относящиеся к регламентированным вещества, которые присутствуют в этих сложных сборочных узлах, могут быть обнаружены. Затем будет необходимо принять решение о необходимости подтверждающих испытаний. Пробы 3 и 4 представляются гомогенными материалами, которые могут быть испытаны непосредственно методом РФ. Проба 2 – сборочный узел клавиатуры, который может быть подвергнут скринингу на данном этапе, но также может пройти и дальнейшую разборку.

5.3 Полная разборка

Как показано в предыдущих пунктах, немногие части сотового телефона имеют достаточно простую конструкцию и состав для прямого, значимого анализа. Почти все части требуют дальнейшей разборки, которая может привести к потере их функциональности.

В данном пункте описана полная разборка сотового телефона типа B. На рисунках 5 – 7 показан процесс разборки клавиатуры (рисунок 5), нижней части корпуса (рисунок 6) и материалов остального корпуса/рамки (рисунок 7). Эти части телефона могут быть легко разобраны при помощи обычных инструментов (см. приложение D) для получения практически однокомпонентных материалов, таких как пластик или металл. Как и ранее выбор проб может осуществляться на основании руководства по присутствию регламентированных веществ в соответствии с таблицей B.1.



Рисунок 5 – Полная разборка клавиатуры



Рисунок 6 – Полная разборка нижней части корпуса

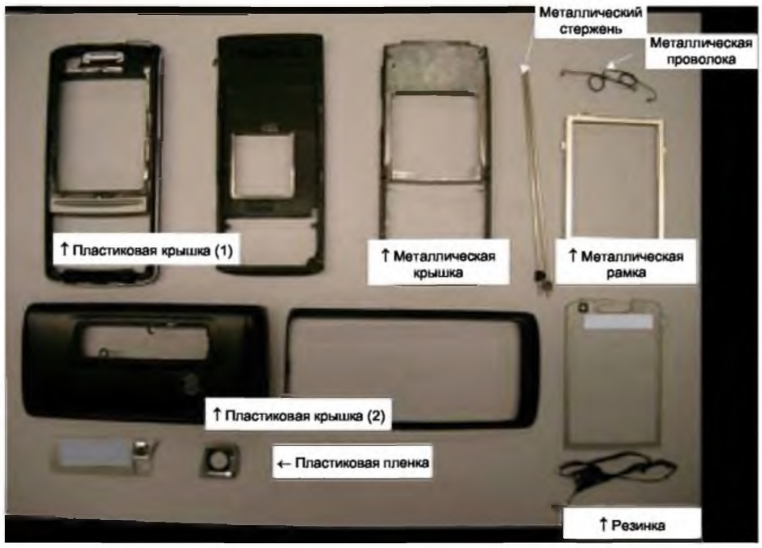


Рисунок 7 – Полная разборка остального корпуса/рамки

5.4 Частичное разделение

5.4.1 Предварительное замечание

Часто подробный анализ комплектного электротехнического изделия на наличие регламентированных веществ требует, чтобы разобранные внутренние подузлы и компоненты подверглись дальнейшему разделению. Однако часто невозможно выполнить полное разделение таких изделий на составляющие их гомогенные материалы. Поэтому отбор проб подузлов и компонентов должен быть нацелен на части, которые с большей вероятностью содержат регламентированные вещества (см. таблицу B.1). При рассмотрении мест, из которых возможен отбор проб для анализа, важно иметь представление о структуре и материалах этих частей, а также о местах вероятного присутствия регламентированных веществ внутри них.

Обратите внимание, что после разделения может быть невозможным вновь собрать разделенные части.

Подузлы и компоненты представляют собой отдельные части комплектных электротехнических изделий, таких как сотовые телефоны, телевизоры, персональные компьютеры, холодильники и т. п., типичными примерами которых являются:

– заполненные печатные платы (ПП);
– резисторы;
– конденсаторы;
– полупроводниковые устройства (ИМС);
– трансформаторы;
– формованные коннекторы;
– теплоотводы;
– соединительные кабели и т. п.

На рисунке 8 показано частичное разделение подузла TFT сотового телефона типа B (разборка которого рассмотрена в 5.2 и 5.3). Отделение некоторых компонентов дисплея, например корпуса, изоляции и фильтра, может быть выполнено только разрушающим способом. Подобным образом частичное разделение основной ПП данного сотового телефона на компоненты показано на рисунке 9. Инструмент, необходимый для такого разделения, включал в себя отвертки, паяльник и небольшой нож (другие инструменты см. в приложении D).

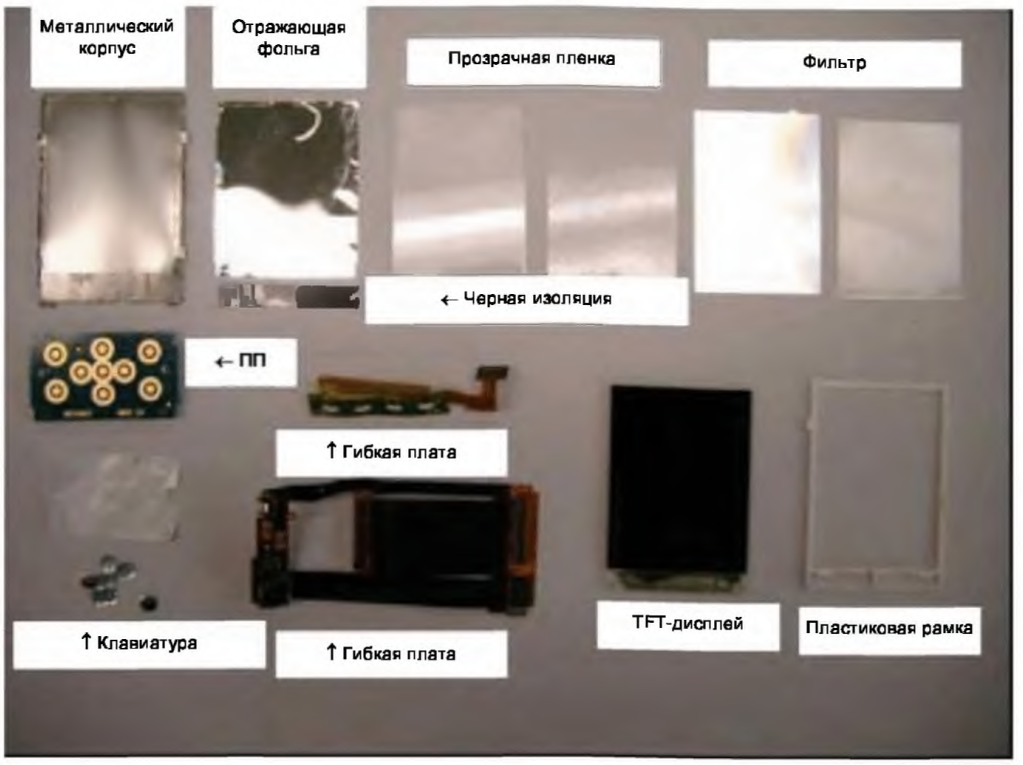


Рисунок 8 – Компоненты TFT-дисплея сотового телефона после частичного разделения

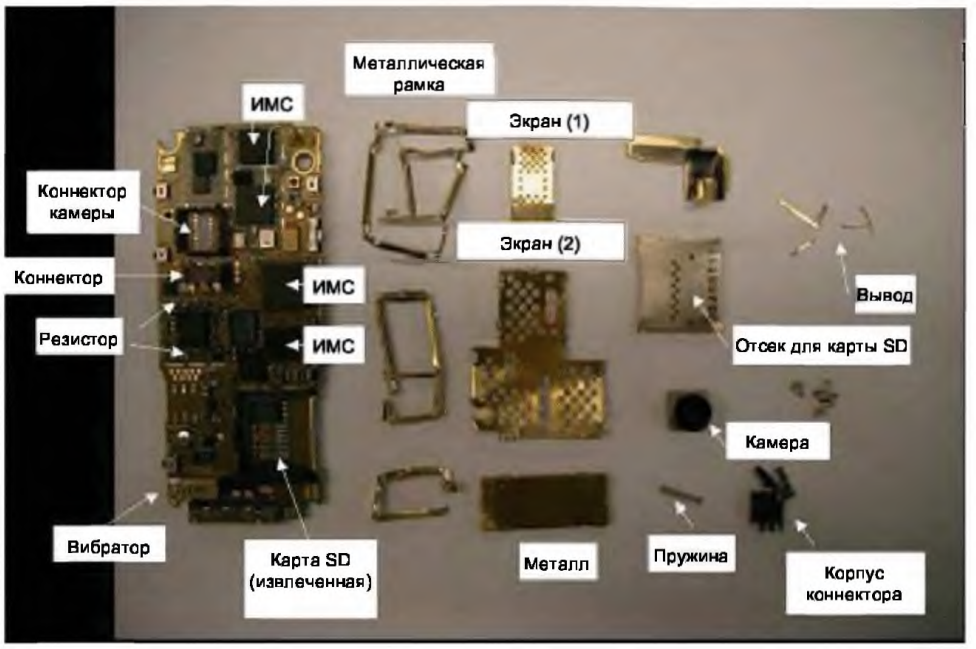


Рисунок 9 – Компоненты основной ПП сотового телефона после частичного разделения

5.5 Полное разделение

5.5.1 Предварительное замечание

Целью полного разделения является полное разъединение всех компонентов на их гомогенные материалы. В целом это практически неосуществимо, поэтому «полное разделение» означает разъединение компонентов на их гомогенные материалы, насколько это позволяют доступные инструменты и методы.

При работе со сложными компонентами перед их разделением на гомогенные материалы профессиональный опыт, умения и неразрушающий анализ помогают определить их внутреннюю структуру и материалы. Этого можно достичь следующим образом:

– использованием личных профессиональных знаний;

– изучением технической документации;

– анализом методом РФ-скрининга.

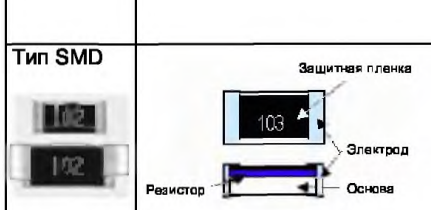
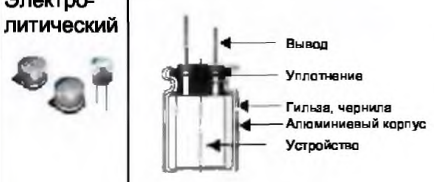
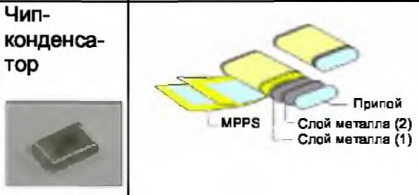
Метод РФ-скрининга очень полезен при идентификации присутствующих материалов до разделения, особенно если структура пробы неизвестна. Однако следует проявлять осторожность при интерпретации результатов.

5.5.2 Типичные примеры разделения на уровне компонентов

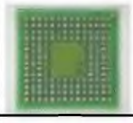
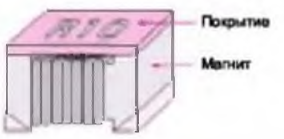
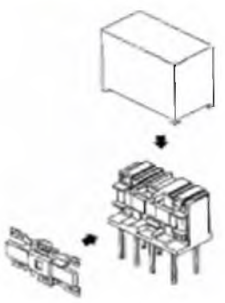
В таблице 3 показаны примеры структуры и материалов типичных компонентов, используемых в электротехнической продукции. Эти компоненты могут быть получены от поставщика либо после их демонтажа с ПП. Аналитическая проба конкретного материала может быть отобрана из компонента с использованием соответствующих инструментов (см. приложение D). В то же время необходимо сосредоточиться на материалах, которые с наибольшей вероятностью содержат регламентированные вещества (см. таблица B.1).

Примеры в таблице 3 отражают современные и традиционно используемые компоненты (например, интегральные микросхемы с шариковыми выводами (BGA) не применялись 15 лет назад). Очевидно, что даже кажущиеся простыми компоненты, например резисторы с проволочными выводами, содержат около десяти различных материалов. Это подчеркивает необходимость тщательного планирования и разработки индивидуальной стратегии отбора проб для каждого компонента.

Таблица 3 – Примеры разделения для типовых малых электронных компонентов

Сборочные узлы и компоненты		Структура	Место отбора проб	Возможные опасные материалы	Исключение	Процедура отбора проб для анализа методом IEC 62321	Условия или ограничения отбора проб
Резистор	Тип IMD		Вывод	Pb		Резка выводов	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Покрытие	Pb, Cr6+		Соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Цветовой код (чернила)	Pb, Cr6+		Практический метод механического разделения отсутствует	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Резистор	Pb	Резистор: Pb (стекло)	Практический метод механического разделения отсутствует	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
	Тип SMD		Электрод	Pb		Практический метод механического разделения отсутствует	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Защитная пленка	Pb	Защитная пленка: Pb (стекло)	Практический метод механического разделения отсутствует	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
Конденсатор	Электролитический		Вывод	Pb		Резка выводов	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Гильза (ПВХ)	Pb		Соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Чернила	Pb, Cr6+		Практический метод механического разделения отсутствует	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
	Чип-конденсатор		Припой	Pb		Практический метод механического разделения отсутствует	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Чернила	Pb, Cr6+		Практический метод механического разделения отсутствует	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб

Окончание таблицы 3

Сборочные узлы и компоненты		Структура	Место отбора проб	Возможные опасные материалы	Исключение	Процедура отбора проб для анализа методом IEC 62321	Условия или ограничения отбора проб
Чипы ИМС	Выводная рамка 		Выводная рамка	Pb		Резка выводов	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Чернила	Pb, Cr6+		Практический метод механического разделения отсутствует	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
	Тип BGA 		Шарик припоя	Pb	Припой: Pb (тип с высокой температурой плавления)	Практический метод механического разделения отсутствует	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
Формованные коннекторы			Корпус	ПББ/ ПБДЭ		Резка или соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Фиксирующий язычок	Pb		Практический метод механического разделения отсутствует	Перекрестное загрязнение. Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Контакт	Pb		Резка или соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
Катушка			Электрод	Pb	Магнитное тело: Pb (керамика)	Резка или соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Покрытие	Pb, Cr6+, Cd		Соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
Гибкая плата			Защитный слой	Pb		Соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
Реле			Крышка корпуса	Pb, Cr6+, Cd		Резка	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Якорь	Pb		Соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Неподвижный контакт	Pb		Резка или соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Клемма	Pb		Резка или соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
			Корпус	Pb, Cr6+, Cd		Соскабливание	Число проб для получения достаточной массы пробы; время приготовления проб
					Неподвижный контакт: Cd		
					Неподвижный контакт: Cd		

5.5.3 Примеры разделения на уровне основных материалов. Разделение чипов интегральных микросхем (ИМС)

В данном пункте приводятся примеры разделения чипов интегральных микросхем (ИМС) (где вероятно присутствие Pb в покрытой оловом (Sn) концевой заделке).

Пример 1 – Разделение компонента выводной рамки

Шаг 1 – Удаление металлических выводов из корпуса ИМС

Выводы были удалены из корпуса путем отрезки металлических частей, выступавших за пределы корпуса. Процедура удаления выводов заняла приблизительно 2 ч для 36 отдельных ИМС, в результате чего была получена металлическая проба массой 1,2 г.

Если отрезка выводов производится осторожно и пробы не отбираются слишком близко к корпусу ИМС, то собранная проба выводов не должна быть загрязнена другими материалами. Время подготовки и число проб, необходимое для получения массы, достаточной для анализа металлов, делают такую процедуру разделения компонента выводной рамки осуществимой в промышленности. На рисунке 10b показана проба выводов после разделения.

Шаг 2 – Разделение корпуса

На рисунке 10c показан корпус ИМС после разделения. Предполагается, что разделение может быть выполнено таким образом, чтобы исключить перекрестное загрязнение слоями других материалов.

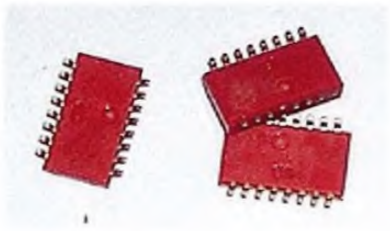


Рисунок 10a – Корпус с выводной рамкой (ИМС)



Рисунок 10b – Металлические выводы после разделения



Рисунок 10c – Корпус ИМС после разделения

Рисунок 10 – Разделение компонента выводной рамки

Пример 2 – Разделение компонента BGA

Корпус типичного компонента BGA состоит из нескольких слоев различных материалов: основы, заливки, кремниевого кристалла, столбиковых выводов из припоя C4, паяльной пасты и шариков припоя. На рисунке 11 показан пример корпуса BGA до разделения.

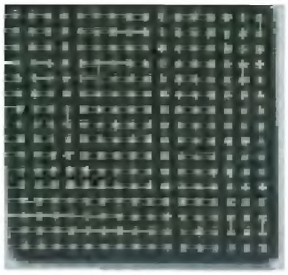


Рисунок 11 – Корпус BGA до разделения

Шаг 1 – Удаление шариков припоя из корпуса BGA

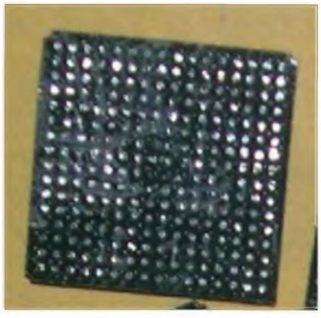


Рисунок 12 – Корпус BGA, разделенный посредством процедуры удаления вручную

Шарики припоя, показанные на рисунках 11 и 12, были отделены от корпуса BGA с использованием процедуры удаления вручную при помощи острого инструмента, позволяющего соскоблить или срезать шарики припоя с основы. Несмотря на меры предосторожности, предпринятые для исключения попадания основы, флюса или паяльной пасты вместе с отделенными шариками припоя, при применении этой процедуры сбора шариков припоя имело место несоответствие. Некоторые шарики припоя можно было только срезать, тогда как другие просто «выскакивали» из корпуса, а не были срезаны или соскоблены. Как видно из рисунка 12, шарики припоя не были отделены от корпуса таким образом, который гарантировал бы, что был собран только материал шариков припоя.

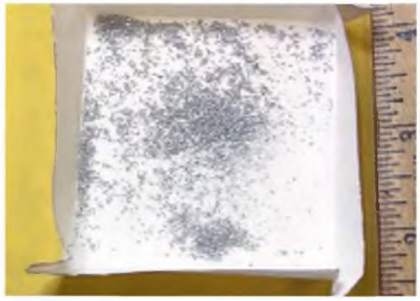


Рисунок 13 – Материал шариков припоя, собранный из корпуса BGA посредством процедуры удаления вручную

С использованием процедуры удаления вручную потребовалось приблизительно 2 ч для удаления шариков из 15 корпусов BGA. Масса собранного материала шариков припоя составила лишь 1,5 г и содержала некоторое количество материалов флюса, паяльной пасты и основы. Таким образом, потребовалось бы около 45 корпусов BGA и около 6 ч, чтобы собрать пробу достаточной для анализа массы.

На рисунке 13 показан собранный материал шариков припоя. Однако проба, собранная с использованием такой процедуры удаления вручную, не могла рассматриваться как «гомогенный» материал шариков припоя, поскольку она содержала другие материалы (такие как флюс, фрагменты основы), полученные в ходе процедуры разделения.

Поскольку с использованием процедуры удаления вручную не удалось получить гомогенную пробу шариков припоя, возникла необходимость в другом методе удаления шариков припоя, а именно в процедуре среза шариков припоя JEDEC JESD22-B117. Несмотря на то, что стандарт JEDEC был разработан не для удаления шариков припоя с целью анализа материала, он представляет собой промышленную процедуру, используемую некоторыми компаниями в лабораториях контроля качества (КК).

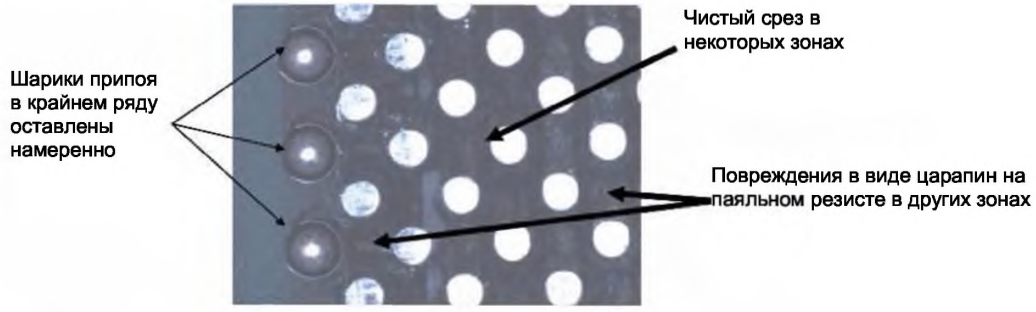


Рисунок 14 – Удаление шариков припоя корпуса BGA посредством процедуры среза шариков

Как и прежде для получения массы пробы, достаточной для анализа, потребовалось бы примерно 45 корпусов BGA, что означает приблизительно 6 ч для приготовления пробы.

Как видно из рисунка 14, метод среза шариков припоя также стал причиной загрязнения из-за соскабливания паяльного резиста вместе с материалом шариков припоя в некоторых местах. Тем не менее величина загрязнения при применении процедуры среза шариков припоя была существенно меньшей по сравнению с величиной загрязнения при использовании процедуры удаления вручную.

5.6 Принципы отбора проб и разделения

5.6.1 Предварительное замечание

В предыдущем пункте были рассмотрены разборка и разделение с верхнего до детализированного уровня. С переходом на детализированный уровень становятся очевидными некоторые трудности. Теоретически отбор проб на уровне гомогенного материала может продолжаться вплоть до наномасштаба. На практике же такой отбор проб в лучшем случае очень сложен либо требует недопустимо большого времени. Пределы обнаружения метода испытаний зависят от массы, размеров или объема проб. Испытания проб меньшей массы, размера или объема могут не позволить подтвердить присутствие или отсутствие заданного вещества в концентрации ниже допустимого уровня с использованием данного метода испытаний.

5.6.2 Требуемый размер пробы

Методология испытаний по IEC 62321 определила следующие минимальные размеры проб для анализа:

– раздел 6 – анализ методом РФ – сильно зависит от прибора и геометрии, но в миллиметровом диапазоне по толщине;

– раздел 7 – ртуть – 0,5 г при НПО < 5 мг/кг;

– разделы 8 – 10 – свинец и кадмий (совместно) – 0,5 г при нижнем пределе обнаружения (НПО) < < 50 мг/кг, 1 г при НПО < 5 мг/кг;

– приложение А – ПББ и ПБДЭ – 100 мг при НПО < 100 мг/кг для родственной группы;

– приложения В и С – шестивалентный хром – 2,5 г при НПО < 15 мг/кг для полимеров и электроники, 50 $см^2$ при НПО < 0,02 мг/кг для хроматных покрытий металлов.

Примечание – Некоторые материалы имеют матрицы, которые могут выходить за пределы данных параметров. Для проб с высокими значениями концентраций потребуется разбавление, которое может повысить значения НПО.

Для компонентов малых размеров часто практически невозможно получить пробу достаточной массы для проведения лабораторных испытаний. В таблице 4 приведены данные, иллюстрирующие как массы, указанные в отчете паспорта материала типичной промышленной выводной рамки, и минимальные размеры проб для метода испытаний по IEC 62321 можно использовать при расчете минимального числа проб, требуемых для сбора достаточной массы пробы для лабораторных испытаний. Технические допущения при расчетах также приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Минимальное количество проб выводной рамки, требуемое для лабораторных испытаний

Слой материала	Масса материала на изделие, мг	Количество изделий, требуемое для анализа Pb/Hg/Cd [a]	Количество изделий, требуемое для анализа Cr^{6+}	Количество изделий, требуемое для анализа ПББ и ПБДЭ
Соединительный провод [b], [c], [d], [e], [f]	1,7	365	н/п	н/п
Крепление кристалла [b], [c], [d], [e], [f]	0,7	893	н/п	1786
Выводная рамка [b], [c], [d], [e], [f]	42,0	15	74	н/п
Покрытие выводной рамки [b], [c], [d], [e], [f]	0,6	1008	5040	н/п
Формовочная масса [b], [c], [d], [e], [f]	52,9	12	н/п	24
Кремниевый кристалл [b], [c], [d], [e], [f]	6,0	104	н/п	н/п

[a] Один и тот же метод испытаний используется для этих 3 элементов, и концентрации могут быть получены из одной пробы. Данная информация используется в иллюстративных целях, чтобы показать размеры проб. При этом, исходя из данных таблицы В.1, присутствие Hg и Cd в выводной рамке маловероятно. Если требуется анализ нескольких веществ, то необходимое количество изделий равняется суммарному числу проб, необходимых для каждого отдельного вещества.

[b] Минимальные массы проб указаны в IEC 62321.

[c] Потеря 20 % объема (массы) в процессе приготовления пробы.

[d] Технически возможно отделение каждого слоя материала без загрязнения.

[e] 100 % каждого материала может быть собрано с каждого слоя.

[f] Неприменимо к веществам, присутствие которых в слое материала маловероятно (см. таблицу В.1).

Из таблицы 4 видно, что теоретически для анализа выводной рамки на Pb требуется 15 проб. Однако, как упоминалось в 5.4.2, фактическое количество проб, требуемое для получения достаточной

массы из слоя выводной рамки в лабораторных условиях, приближается к 30 – 35. Причиной этому является то, что невозможно собрать весь слой выводной рамки из каждого изделия, поскольку в процессе механического разделения необходимо предотвратить перекрестное загрязнение других слоев материала. (Анализ на шестивалентный хром не требуется, поскольку риск содержания шестивалентного хрома в ножках ИМС очень мал.) Таким образом значения, представленные в таблице 4, следует рассматривать в качестве «идеального случая» или «теоретического минимума».

Исходя из вышеуказанных требований, для проведения всех шести испытаний на регламентированные вещества в соответствии с IEC 62321 требуется минимальная масса пробы 4,5 г. Но в зависимости от материала может быть до 20 % потерь в процессе приготовления пробы (см. раздел 5 IEC 62321) перед испытаниями. Поэтому масса 4,5/(1 – 0,2) = 5,6 г может быть фактическим минимальным размером пробы, отбираемой из частей или компонентов для анализа на все шесть регламентированных веществ. Ингибиторы горения обычно не используются в металлических слоях, поэтому при анализе только металла минимальный размер пробы может быть уменьшен до 3,5/(1 – 0,2) = 4,4 г.

По мере роста количества проб, требуемых для испытаний, также увеличивается риск того, что номенклатура компонентов не будет идентична. Компоненты могут поступать из различных партий, их материалы могут отличаться, даже если номер и/или характеристики детали остаются прежними. Следовательно, результат анализа может быть ошибочным (высокие уровни регламентированных веществ могут быть сосредоточены лишь в небольшом количестве проб) либо неубедительным.

Отбор большого количества проб малых компонентов, какие показаны в таблице 3 и примере выводной рамки в таблице 4, может очень усложнить лабораторные испытания и разделение. Например, можно ли считать материал, собранный для анализа, гомогенным материалом? Идентичны ли используемые пробы? Какие критерии используются для оценки однородности партии компонента?

5.6.3 Взаимосвязь размера пробы и предела обнаружения

Существует обратная зависимость между размером пробы и пределом обнаружения. По мере уменьшения доступного для анализа материала предел обнаружения заданного вещества увеличивается.

Процесс разделения все более усложняется по мере уменьшения размера компонентов. Однако размер не всегда является лимитирующим фактором. Например, сложнее разделить ИМС размером 10 мм^3, чем варистор размером 4 мм^3. Из-за сложности разделения малых деталей может оказаться полезным указать минимальный размер, после которого разделение не требуется. Компоненты, размер которых меньше такого минимального размера, можно измельчить в порошок, а полученный в результате материал анализировать как гомогенный. В этом случае становятся важными вопросы предела обнаружения, рассмотренные в таблице 5. Следует отметить, что задание минимального размера на определенном уровне не решает некоторых фундаментальных проблем, связанных с отбором проб и лабораторными испытаниями.

В случаях, когда разделение продолжается до наименьшего гомогенного материала, количество материала, требуемое для анализа, определяется по минимальному количеству проб, необходимому для конкретного аналитического метода, которое зависит от типа пробы, способа приготовления пробы (см. раздел 5 IEC 62321) и аналитического метода. Например, при испытаниях на Pb в полимерах методом ИСП-МС с использованием сухого озоления в качестве процедуры приготовления пробы требуется проба массой 0,2 г при пределе отчетности 0,1 мг/кг. В целом для каждого такого сочетания матрицы, процедуры приготовления пробы и аналитического метода имеется минимальный размер пробы, требуемый для достижения определенного предела отчетности. По мере уменьшения размера пробы предел отчетности возрастает до тех пор, пока при размере пробы 0,02 г предел отчетности не достигнет 50 мг/кг. Важно понять зависимость между размером пробы и пределом отчетности для матрицы, способа приготовления пробы и методики измерения, используемой для определения регламентированных веществ.

5.6.4 Комбинированные испытания разделяемых проб

Если количество испытуемого материала ограничено и его сложно получить в достаточном количестве, особенно важно знать о присутствии заданного регламентированного вещества во избежание лишних испытаний (см. таблицу В.1). Игнорирование этих принципов может привести к ложным положительным результатам. Например, металлы не нужно испытывать на ингибиторы горения. Однако при сборе выводов или шариков из ИМС небольшое количество формовочной массы может остаться на металле, представляя собой источник ингибитора горения. Такое перекрестное загрязнение практически неизбежно, и его необходимо учитывать.

Таким образом, при испытании пробы, состоящей из нескольких гомогенных материалов («комбинированная проба»), может быть получен положительный результат анализа на одно или несколько регламентированных веществ. Если результаты выражаются в миллиграммах на килограмм массы смешанной комбинированной пробы, они могут оказаться ниже допустимого предельного значения. Этот механизм проиллюстрирован на гипотетическом примере в таблице 5. При выражении концентрации в общей комбинированной пробе она может быть существенно ниже допустимого уровня (например, 1000 мг/кг), тогда как результаты на основании гомогенного материала могут существенно превосходить допустимый уровень. Пример такой ситуации показан в таблице 2, где материал А содержит значительный уровень Pb, который растворен в общем количестве Pb в смешанной комбинированной пробе. Дополнительные принципы для комбинированных проб описаны в приложении С.

Таблица 5 – Уровни регламентированных веществ в комбинированной пробе

Материал	Массовая доля, %	Концентрация Pb, мг/кг	Концентрация Pb в комбинированной пробе, мг/кг
Гомогенный материал А	25	1200	300
Гомогенный материал В	25	600	150
Гомогенный материал С	20	0	0
Гомогенный материал D	15	0	0
Гомогенный материал Е	15	40	6
Итого для комбинированной пробы	100	–	456

Как установлено настоящим стандартом, отбор проб и анализ регламентированных веществ на уровне гомогенного материала часто сложен, и важно правильно понимать основы интерпретации, особенно при работе с комбинированными пробами.

5.6.5 Неоднородные «гомогенные материалы»

Существует внутреннее противоречие в определении гомогенного материала для тех частей или компонентов, которые не могут быть механически разделены, но не обладают однородным химическим составом. Как было упомянуто ранее, часто допускается гомогенизировать такие пробы и рассматривать их в качестве одного материала. Однако требуется гораздо больше данных о структуре и материалах компонента.

Если выполняется подготовка компонента (например, измельчение в порошок) и его испытание в виде одиночной пробы, результатом анализа будет средний уровень регламентированного вещества по всей массе испытанной пробы. Сложности возникают, когда в пробе одновременно имеются как регламентированная, так и нерегламентированная форма одного и того же вещества. Это показано на рисунке 15 для резистора, который не может быть механически разделен и содержит Pb в регламентированной форме (покрытие на основе Pb, верхнее сечение) и в форме, для которой сделано исключение (стекло PbO, нижнее сечение). Для комбинированной пробы этого неразделяемого компонента невозможно разграничить различные источники Pb. Таким образом, невозможно определить концентрации Pb в каждом гомогенном материале посредством испытаний резистора в виде комбинированной пробы. Это по существу справедливо в отношении нескольких размеров компонентов, которые не могут быть механически разделены.

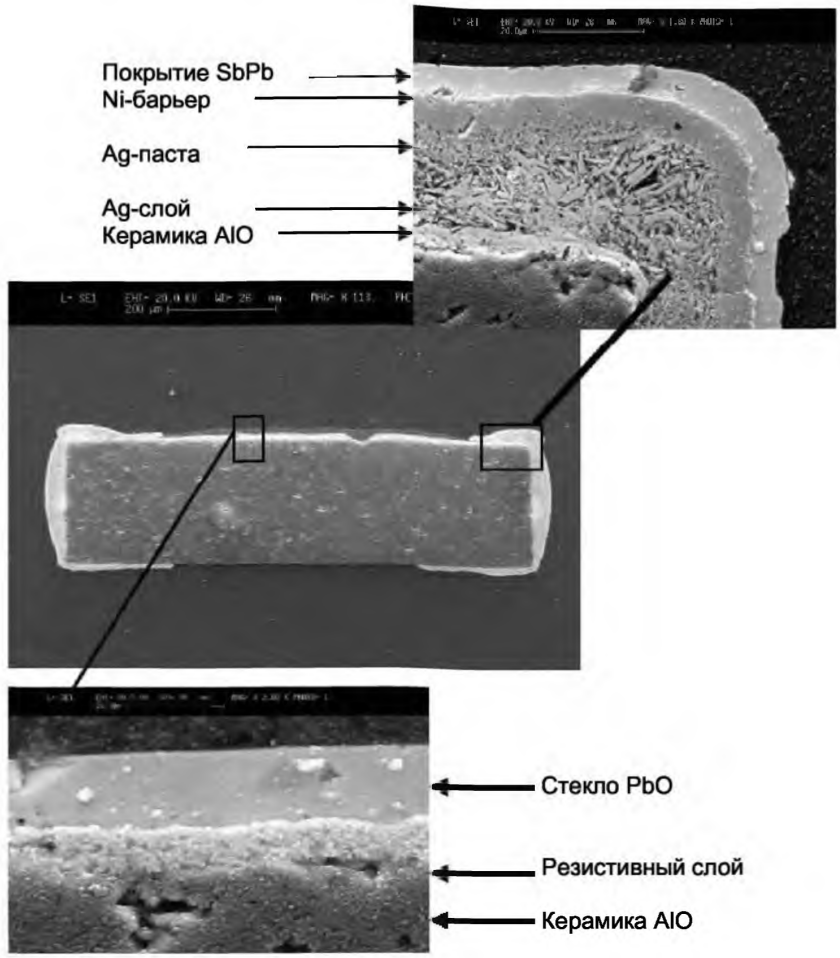


Рисунок 15 – Поперечное сечение резистора шириной 900 мкм на основе оксида свинца (SMD)

Если в отношении компонента действуют ограничения по нескольким веществам на уровне гомогенного материала, возможно, исходя из конкретного применения, отдельные гомогенные материалы следует анализировать по отдельности, что на практике может быть трудной задачей.

Чтобы справиться с этими трудностями, необходимо разрабатывать стратегии, особенно принимая во внимание тот факт, что электротехнические изделия уменьшаются в размере, становясь все более сложными, количество регламентированных веществ увеличивается, а их предельно-допустимые уровни снижаются. Методики скрининга могут использоваться и используются для сбора большего количества данных о регламентированных веществах. Также возможен анализ материалов на месте в виде поперечного сечения, как на рисунке 15, в соответствии с приложением Е. Однако остаются сложности в разграничении исключенных и регламентированных форм одного и того же вещества.

5.6.6 Определение мест отбора проб гомогенных материалов

Несмотря на то, что товарные «гомогенные» материалы имеют идентичные физико-химические свойства, их состав не всегда является полностью однородным. Если масса пробы, требуемая для испытаний, не превышает половины имеющейся массы материала, то отбор проб следует осуществлять в нескольких местах. Например, места отбора проб следует выбирать из различных зон, включая по меньшей мере один геометрический центр и концы двух диагоналей.

6 Выводы и рекомендации

Стратегия и процесс отбора проб являются чрезвычайно важными этапами при анализе на регламентированные вещества в электротехнической продукции. Качество результатов анализа, в частности их репрезентативность для анализируемого объекта/изделия, определяется напрямую процедурой отбора проб. Выбор стратегии отбора проб зависит от определяемого вещества (определяемых веществ), их предельно допустимых уровней, предпосылок, на основании которых применяются ограничения, и возможных исключений. Другими важными факторами являются сложная структура электротехнических изделий, малый размер их компонентов, различный состав материалов, вариации между партиями, сложность цепи поставок и аналитический метод испытаний. Эти факторы рассматриваются более подробно в разделе 4, устанавливающем, что выбор стратегии отбора проб определяется предполагаемыми целями анализа.

Общая итерационная процедура отбора проб представлена на рисунке 1. Принимая во внимание ее итерационный характер, не существует единого универсального подхода. Лицо, производящее отбор проб, должно определить, какие и сколько итерационных уровней разборки и разделения необходимо для достижения целей анализа. За каждой итерацией следует оценка степени достижения этих целей. Множество примеров в разделе 5, приложениях А и Е показывает, что надлежащая стратегия отбора проб и рациональное применения методик анализа помогают существенно уменьшить объем требуемых работ.

Настоящий стандарт свидетельствует о том, что отбор проб для анализа на регламентированные вещества в электротехнической продукции часто сложен и даже практически неосуществим при оценке сложных деталей и компонентов малого размера. Сложности заключаются в ограничении веществ на уровне «гомогенного материала», который таким образом становится основным элементом отбора проб. Проблемы возникают при оценке пробы, которая не имеет однородного состава по всему объему, однако по практическим соображениям не может быть механически разделена (например, резистор на рисунке 15). Этот пример иллюстрирует недостаток определения гомогенного материала. На этапе, когда дальнейшее механическое разделение невозможно, одни только лабораторные испытания не могут определить, соответствует ли проба требованиям в отношении регламентированных веществ на уровне гомогенного материала.

Часто практически невозможно разделить и испытать все гомогенные материалы в изделии или компоненте. Даже если это физически возможно, ограниченное количество времени, ресурсов и имеющегося материала может быть недостаточным для значимого анализа. Чтобы облегчить задачу стратегии отбора проб, необходимо аккуратно использовать информацию из паспортов материалов и данные о вероятности присутствия регламентированных веществ в определенных видах материалов (см. таблицу В.1). В 5.6 подчеркивается важность понимания ограничений рациональных стратегий испытаний (например, испытаний комбинированных материалов), чтобы иметь возможность принятия эффективных решений. Эти стратегии также должны согласовываться с целями анализа.

Приложение А
(справочное)

Примеры процедур отбора проб и разделения

А.1 Предварительное замечание

В настоящем приложении приведена детализированная общая процедура отбора проб и разделения вместе с некоторыми примерами:

– Пример 1 – Отбор проб DVD-проигрывателя.
– Пример 2 – Отбор проб ЭЛТ-трубки.
– Пример 3 – Отбор проб ЖК-телевизора.
– Пример 4 – Отбор проб PDA-телефона.
– Пример 5 – Отбор проб настольного вентилятора.
– Компоненты – Пример 1 – Толстопленочный резистор.
– Компоненты – Пример 2 – SMD-потенциометр.

При рассмотрении блок-схем следует учитывать следующее:

a) Анализ может проводиться в различных целях:

– анализ конкретного материала или в конкретном месте (например, внутренний контроль изготовителя, проверка дистрибьютором зон электротехнического изделия, в которых высока вероятность присутствия регламентированных веществ, проведение исследования контрольным органом);
– скрининг в рамках контроля при приемке товара;
– начальный этап комплексного обследования всей продукции;

b) вероятность присутствия регламентированных веществ см. в таблице В.1;

c) исключения для некоторых веществ при некоторых способах применения действуют только в рамках законодательства отдельных регионов.

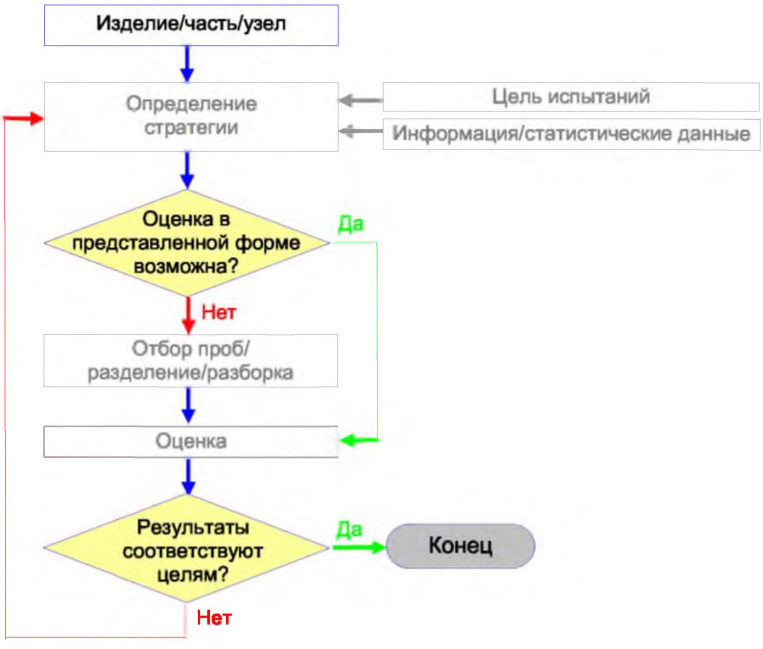


Рисунок А.1 – Пример методологии отбора проб и разделения

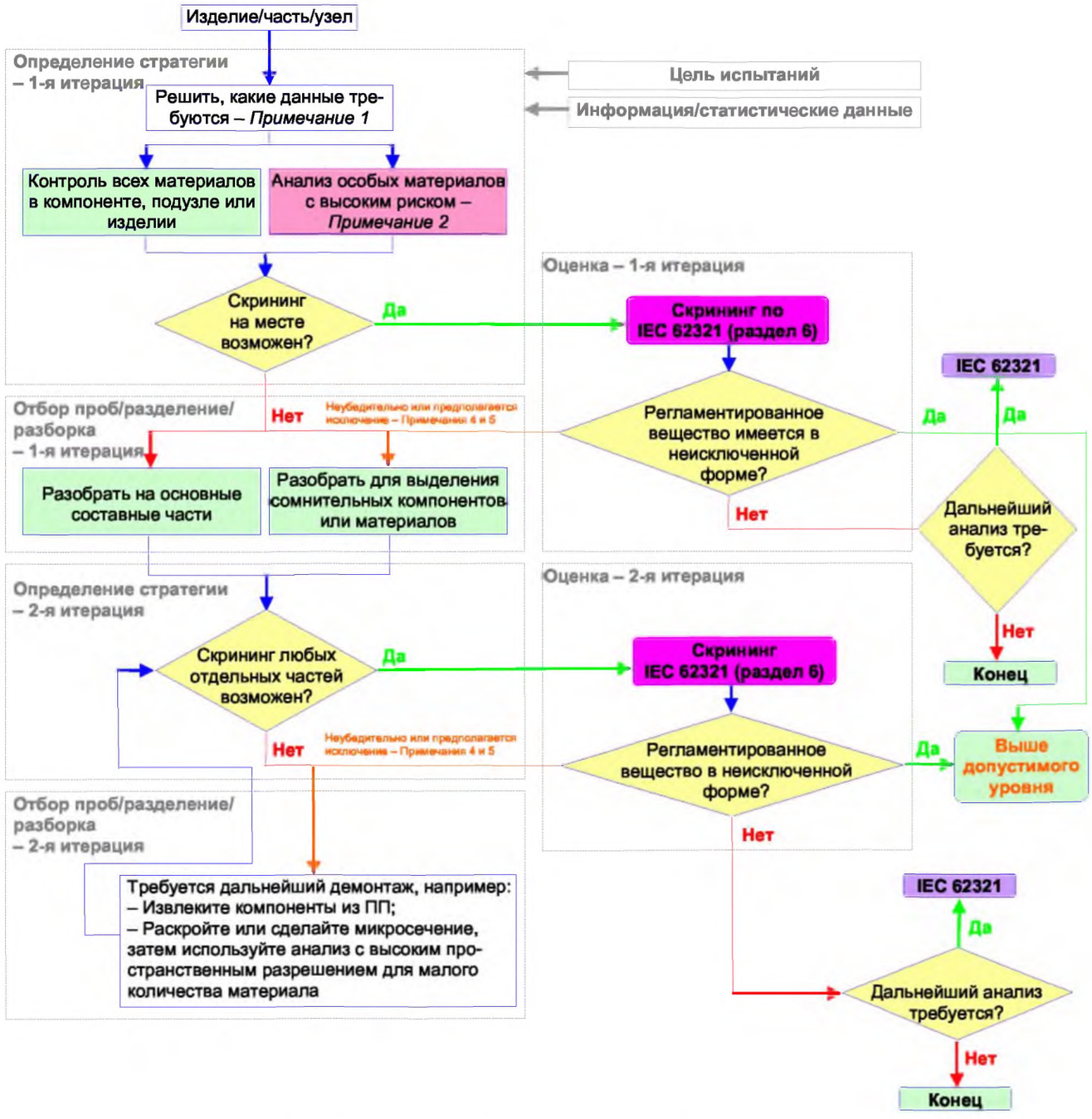


Рисунок А.2 – Методология отбора проб и разделения



Рисунок А.3 – Отбор проб DVD-проигрывателя





Изделие/часть/узел

Определение стратегии – 1-я итерация

Создать запас внешних компонентов

Скрининг на месте возможен?

Да

Нет

Отбор проб/разделение/разборка – 1-я итерация

Выделить части, не подлежащие скринингу (например, катушки, бирки, провода и т. п.), из стеклянной ЭЛТ

Стеклянная ЭЛТ

Другие части

Отрезать переднюю панель от конуса (например, алмазной пилой, лазерной резкой и т. п.)

Передняя панель

Конус

Внутри передней панели – слой алюминия над люминофором – удалить абразивным образом

Вскройте конус, обнажив электронную пушку и электроды (например, алмазной пилой). Отрезать каждую деталь для анализа

Алюминиевый слой считается одним гомогенным материалом, поскольку механическое отделение невозможно

Стекло панели

Стекло конуса

Другие внутренние части

Стекло как свинец является исключением, а другие RoHS вещества не используются

Определение стратегии – 2-я итерация

Скрининг на месте возможен?

Да

Нет

Отбор проб/разделение/разборка – 2-я итерация

Отделить для анализа (например, открутить или отрезать крепеж и отделить катушки, соскоблить бирки)

Оценка

Анализ не требуется

Скрининг по IEC 62321 (раздел 6) для определения необходимости более точного анализа

IEC 62321

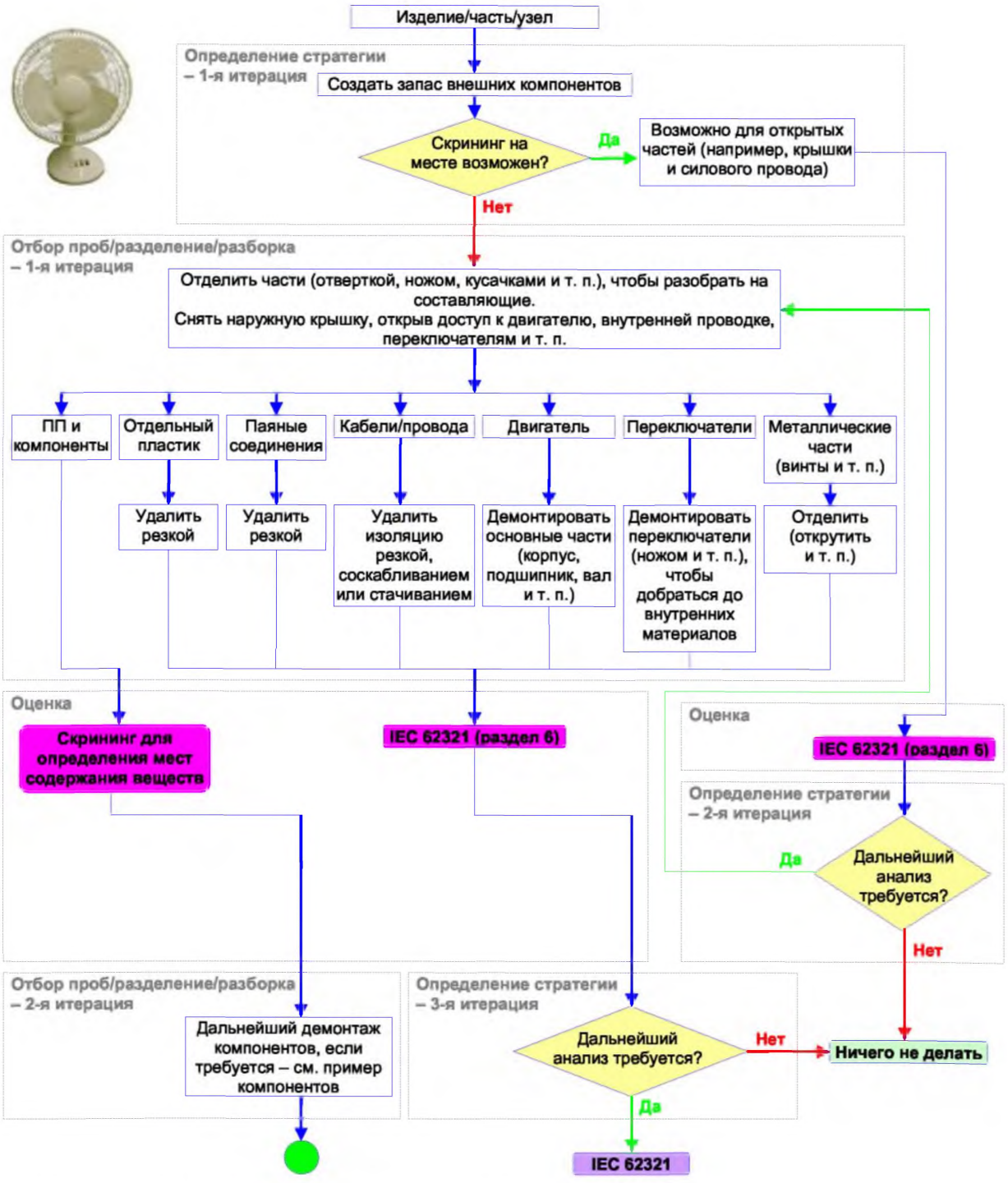
Рисунок А.4 – Отбор проб ЭЛТ



Рисунок А.5 – Отбор проб ЖК-телевизора



Рисунок А.6 – Отбор проб PDA/телефона



Примечание – Не забывайте анализировать бирки (отрезать) и чернила (на месте).

Рисунок А.7 – Отбор проб настольного вентилятора

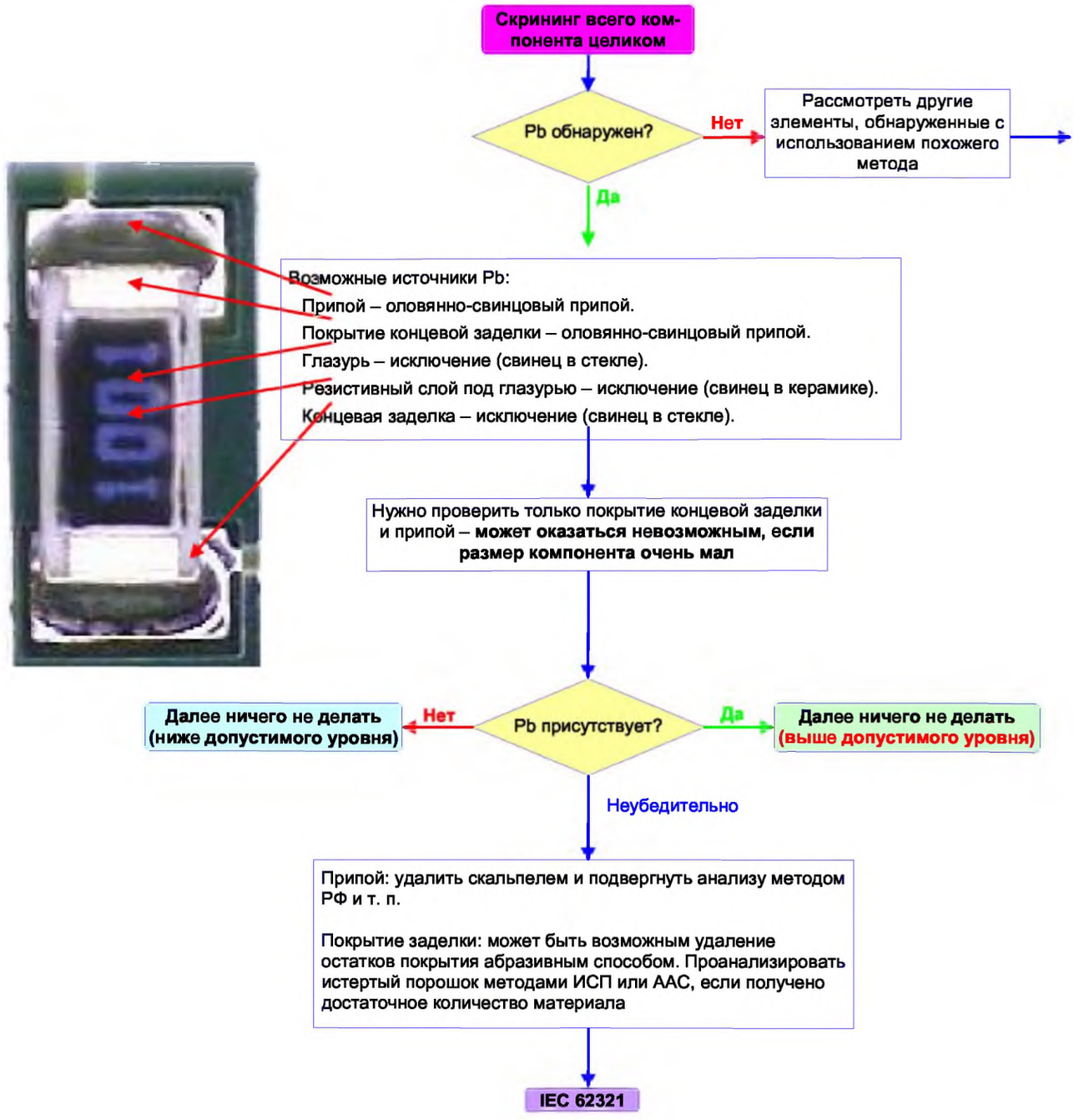


Рисунок А.8 – Компонент. Пример 1. Толстопленочный резистор

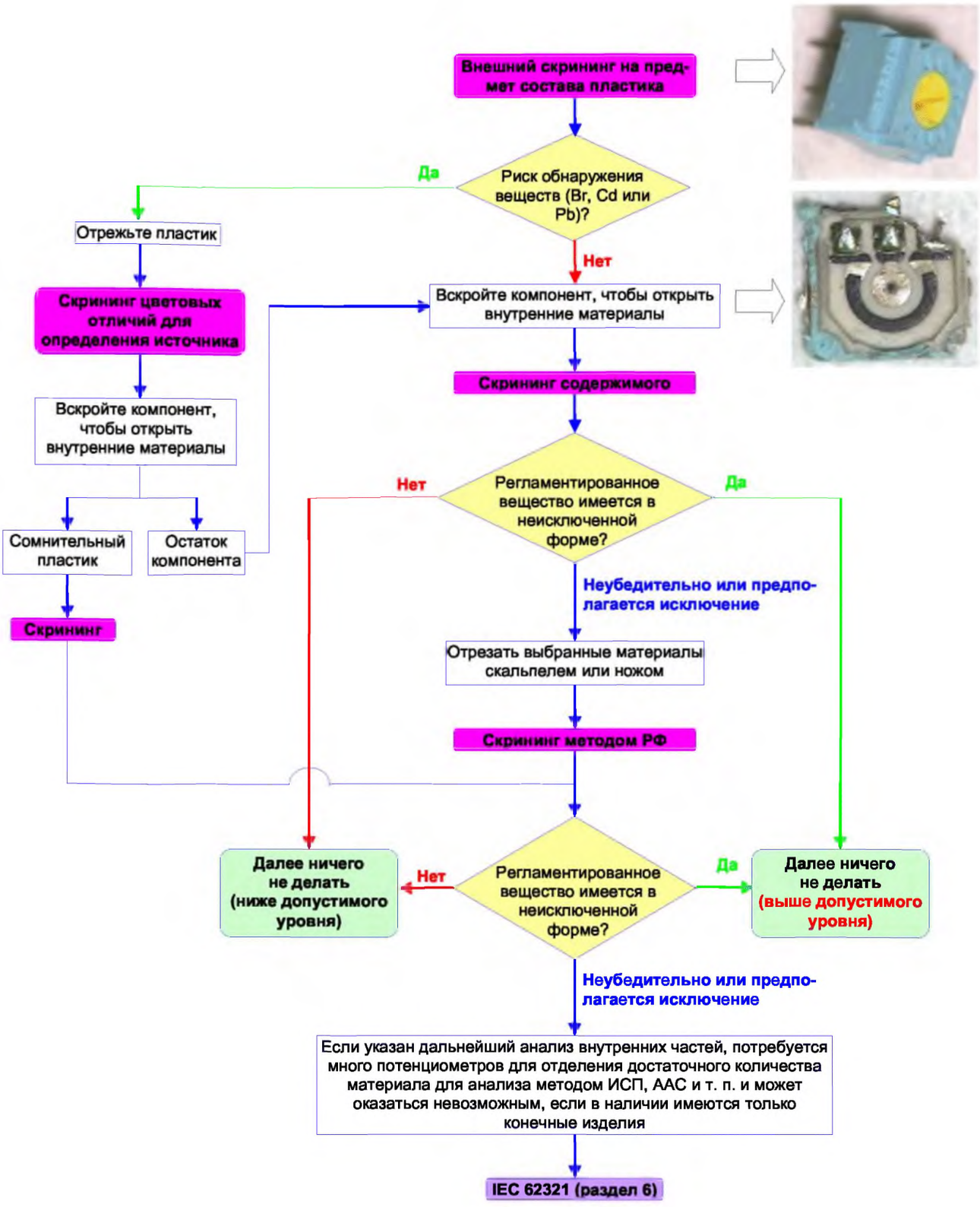


Рисунок А.9 – Компоненты. Пример 2. SMD потенциометр

Приложение В
(справочное)

Вероятность присутствия регламентированных веществ

В.1 Предварительное замечание

С целью оптимизации отбора проб и анализа согласно блок-схемам приложения А важно иметь данные о присутствии регламентированных веществ в электротехнических изделиях. Нет необходимости в испытаниях материалов/компонентов на вещества, которые по имеющимся данным в них отсутствуют, как, например, ингибиторы горения в нержавеющей стали. Кроме того, для проверки на соответствие материалов/компонентов, которые с большей вероятностью содержат регламентированные вещества, потребуется более частый и широкой анализ. В таблице В.1 приведен перечень типичных материалов и компонентов электротехнической продукции с указанием вероятности присутствия в них шести регламентированных веществ. Данная таблица представляет собой первое средство определения зон, подходящих для отбора проб. Однако поскольку в электротехнической отрасли используется множество материалов и компонентов и ежедневно появляются новшества, данная таблица не может считаться полной.

Таблица В.1 – Вероятность присутствия регламентированных веществ в материалах и компонентах, используемых в электротехнических изделиях

Компоненты/материалы	Регламентированные вещества [a]						Количество гомогенных материалов [b]	Примечания
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	ПББ	ПБДЭ		
Механические части								
Рамка – металл							1	Неокрашенная
Корпус – пластик	L	L	L	L	L	M	1	
Шнур/кабель питания	L	H	H	L	L	M	> 1	
Толстопленочный датчик	L	H	M	L	L	M	> 1	
Теплоотвод	L	L	L	L	н/п	н/п	1	
Винт, шайба, крепеж – металл	L	M	M	H	н/п	н/п	1 и > 1	Иногда с покрытием, например черный и желтый хромат
Стекло – ЭЛТ, металло-стеклянный спай ламп	L	M	H	L	н/п	н/п	> 1	Pb в стекле может быть исключением
Фосфоресцентное покрытие (например, ЭЛТ)	L	H	L	L	н/п	н/п	> 1	
ЖК-панель/экран	H	L	H	H	L	L	> 1	
Плазменная панель/экран	H	L	H	H	L	L	> 1	Pb в стекле может быть исключением
Лампы, подсветка	H	L	H	M	н/п	н/п	> 1	Hg в лампах подсветки может быть исключением
Магнитная головка	L	L	H	M	н/п	н/п	> 1	
ПП								
Основа/ламинат ПП	L	L	L	L	L	н/п	> 1	
Коннектор	M	L	H	L	L	H	> 1	
Конденсатор – электролитический	L	M	H	L	L	M	> 1	
Конденсатор – чип	L	M	M	L	L	M	> 1	
Резистор – тип IMT	L	M	H	L	L	L	> 1	
Резистор – чип	L	H	M	L	L	L	> 1	
Диод	L	M	M	L	L	L	> 1	
Предохранитель	L	M	H	L	L	L	> 1	

Продолжение таблицы В.1

Компоненты/материалы	Регламентированные вещества [a]						Количество гомогенных материалов [b]	Примечания
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	ПББ	ПБДЭ		
Припой (автоматическая и ручная пайка)	L	M	H	L	н/п	н/п	1	
Клей (красный и белый)	L	L	M	L	M	M	1	Используется для крепления компонентов
Покрытие концевой заделки компонента	L	H	H	L	н/п	н/п	1 и > 1	
Формованные части	L	L	L	L	L	H	1 и > 1	
Интегральная микросхема (ИМС) и корпус BGA	L	L	H	L	L	L	> 1	
Реле – ртутное	H	L	M	L	L	L	> 1	
Реле – электромагнитное	L	H	M	L	L	L	> 1	
Ключ – ртутный	H	L	M	L	L	L	> 1	
Ключ – механический	M	H	M	L	L	L	> 1	
Термостаты	H	M	M	L	L	L	> 1	
Датчики пламени	H	M	M	L	L	L	> 1	
Полупроводники тепловидения	H	M	M	L	L	L	> 1	
Трансформатор (ТВС)	L	M	H	L	L	M	> 1	
Комплектующие								
Дистанционное управление	L	H	H	L	L	L	> 1	
Внешний кабель (например, Scart, USB, cinch)	L	H	H	L	L	L	> 1	
Внешнее питание	L	H	H	L	L	M	> 1	
Материалы								
Краска, чернила и подобные покрытия	L	H	H	M	L	L	1	
Адгезив			M		M	M	1	
Полиуретан – глянцевый	H	M	M	L	L	M	> 1	
Поливинилхлорид (ПВХ)	L	H	H	M	L	M	1	
Стирол, полистирол (УПС), АБС, полиэтилен (ПЭ), полиэфир	L	M	M	L	L	H	1	
Резина	L	M	M	L	L	M	1	
Пластики – прочее	L	M	M	L	L	M	1	
Красители (все пластики) – красный, оранжевый, желтый, розовый, зеленый	M	H	H	H	н/п	н/п	1	
Металл	L	M	H	H	н/п	н/п	1 и > 1	
Сталь – прочее	L	L	L	H	н/п	н/п	1	
Сталь – легкообрабатываемая	L	L	H	L	н/п	н/п	1	
Медный сплав	L	H	H	L	н/п	н/п	1	Pb в металле может быть исключением
Алюминиевый сплав	L	L	H	L	н/п	н/п	1	Pb в металле может быть исключением
Хромовое покрытие	L	L	L	L	н/п	н/п	> 1	
Цинковое покрытие	L	H	H	H	н/п	н/п	> 1	
Другие металлические покрытия	L	H	L	H	н/п	н/п	> 1	
Стекло – прочее	L	M	H	M	н/п	н/п	U	Pb может быть исключением

Окончание таблицы В.1

Компоненты/материалы	Регламентированные вещества [a]						Количество гомогенных материалов [b]	Примечания
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	ПББ	ПБДЭ		
Керамика	L	M	H	L	н/п	н/п	U	Pb может быть исключением
Примечание – Данная таблица используется в качестве руководства по выбору компонентов/материалов для испытаний, которые с большой вероятностью содержат регламентированные вещества. Не каждая деталь, указанная в данной таблице, требует испытаний, и не каждое вещество с «высокой» вероятностью подлежит испытаниям. Дополнительные указания по стратегии отбора проб см. в 4.3 (например, таблица 2). Очень важно идентифицировать любые применимые исключения до начала испытаний, чтобы обеспечить точную интерпретацию результатов анализа и исключить любые излишние последующие испытания.								

[a] L – низкая вероятность;
M – средняя вероятность;
H – высокая вероятность;
н/п – не применимо.

[b] 1 – один гомогенный материал;
> 1 – два или более гомогенных материала;
U – неизвестно.

Приложение С
(справочное)

Комбинированные испытания и отбор комбинированных проб

С.1 Предварительное замечание

Как показано в 5.6.4, комбинированные испытания изделий, состоящих из нескольких различных частей и/или слоев материала, в некоторых обстоятельствах могут использоваться в качестве метода скрининга с целью минимизации количества проб, а следовательно, и расходов на анализ. Существует два подхода:

1) вычисление максимальной концентрации пробы на основании аналитического предела обнаружения;

2) вычисление минимального аналитического предела обнаружения на основании концентрации пробы.

При первом подходе максимальный уровень регламентированного вещества в одном материале комбинированной пробы может быть вычислен, если при химическом анализе всей комбинированной пробы получен результат «не обнаружено».

С.2 Пример 1

Пример 1 основан на следующих предположениях:

– компонент/часть содержит четыре различных гомогенных материала (общей массой 18 мг);

– только материал с самой маленькой долей в составе (материал А) мог бы содержать регламентированные вещества Pb и Cd;

– метод химического анализа комбинированной пробы имеет предел обнаружения, равный 20 мг/кг;

– для химического анализа компонент/часть был измельчен в порошок (гомогенная проба).

Результаты «не обнаружено» означают, что в комбинированной пробе, отобранной из компонента, может содержаться до 20 мг/кг Pb и Cd. Исходя из худшего случая (присутствуют как Pb, так и Cd в количестве 20 мг/кг), можно рассчитать максимальное загрязнение или ошибку Pb и Cd (см. таблицу С.1). При максимальных уровнях 20 мг/кг для Pb и Cd в комбинированной пробе гомогенный материал А может содержать до 360 мг/кг Pb и Cd. Для Pb это значение ниже допустимого предела 1000 мг/кг. Но для Cd максимальный допустимый предел 100 мг/кг может быть превышен.

Для данной комбинированной пробы можно сделать вывод о необходимости дальнейшего анализа на Cd для определения ее соответствия требованиям.

Примечание – Комбинированные испытания являются лишь методом скрининга.

Таблица С.1 – Максимальная расчетная концентрация для комбинированной пробы, исходя из предела обнаружения

Материал	Масса, мг	Процент от общей массы комбинированной пробы, %	Максимальная доля Pb (при пределе обнаружения 20 мг/кг), мг/кг	Максимальная доля Cd (при пределе обнаружения 20 мг/кг), мг/кг
Материал А	1	6	360	360
Материал В	4	22	0	0
Материал С	5	28	0	0
Материал D	8	44	0	0
Итого (состав)	18	100	–	–
Среднее (состав)	–	–	20	20

При втором подходе можно вычислить требуемый предел обнаружения, гарантирующий отсутствие регламентированных веществ в количестве, превышающем определенный уровень.

С.3 Пример 2

Пример 2 (см. таблицу С.2) основан на следующем предположении: та же составная проба, которая использовалась в примере 1, содержит 1000 мг/кг свинца и 100 мг/кг кадмия.

Чтобы проверить эти уровни Pb и Cd химическим анализом, потребовался бы метод с пределом обнаружения около 50 мг/кг для Pb и 5 мг/кг для Cd, как показано в таблице С.2.

Таблица С.2 – Требуемый предел обнаружения для комбинированной пробы, исходя из предельной допустимой концентрации

Материал	Масса, мг	Процент от общей массы комбинированной пробы, %	Доля Pb, мг/кг	Доля Cd, мг/кг
Материал A	1	6	1000	100
Материал B	4	22	0	0
Материал C	5	28	0	0
Материал D	8	44	0	0
Итого (состав)	18	100	–	–
Среднее (состав)	–	–	56	5,6
Требуемый предел обнаружения/мг/кг	–	–	56	5,6

Кроме того, важно иметь в виду, что как пределы обнаружения аналитических методов, так и концентрации регламентированных веществ имеют допустимую погрешность и содержание регламентированных веществ в «гомогенном материале» может колебаться (см. рисунок Е.7). Поэтому рекомендуется включить коэффициент запаса при применении этой концепции.

Приложение D
(справочное)

Инструменты, используемые при отборе проб

При отборе проб путем разборки и разделения широко используются следующие инструменты:

– паяльник;
– отвертка (электрическая);
– инструмент для снятия изоляции с кабеля;
– нож со сменным лезвием;
– гаечные ключи (рожковые/накидные);
– гайковерт;
– молоток;
– дрель;
– оплетка для выпайки, т. е. шнур для впитывания расплавленного припоя;
– ключи-шестигранники;
– кусачки;
– пассатижи;
– ручная пила;
– ножницы;
– пинцет;
– пластиковые пакеты.

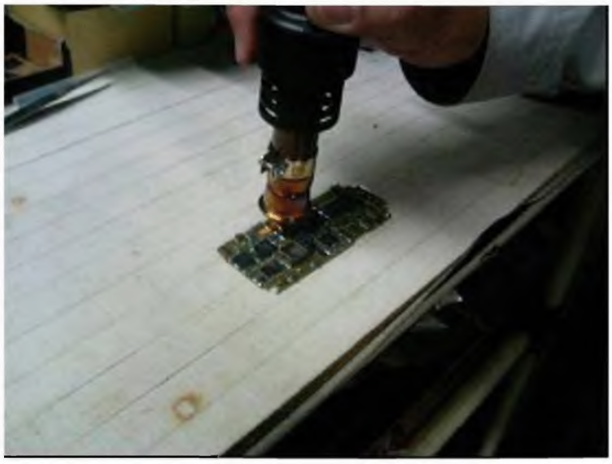


Рисунок D.1 – Тепловой пистолет для извлечения электронных компонентов



Рисунок D.2 – Вакуумный пинцет для извлечения требуемых электронных устройств

В IEC 62321 (раздел 5) приводится больше инструментов, которые могут понадобиться при приготовлении пробы в соответствии с методикой лабораторных испытаний.

Приложение Е
(справочное)

Использование метода РФ-скрининга при отборе проб

Е.1 Предварительное замечание

В IEC 62321 (раздел 6) определен РФ-скрининг как метод определения присутствия или отсутствия регламентированных веществ в электротехнической продукции. РФ – это эффективный способ изучения химического состава электротехнической продукции, который помогает принять решение о том, какие части подлежат дальнейшему разделению, а какие не требуют дальнейшего разделения и испытаний.

Е.2 Аппаратура для РФ

Аппаратура для РФ представлена во множестве различных конфигураций: от приборов, которые могут анализировать крупные, объемные пробы в определенной точке измерения, до приборов, способных выделять и анализировать малые объекты в сложной пробе, например компонент поверхностного монтажа на собранной ПП.

Лабораторная аппаратура для РФ (как для энергодисперсионной, ЭДРФ, так и для волнодисперсионной, ВДРФ) обычно обеспечивает наивысшую мощность возбуждения, но не способность измерения малых объектов в сложных пробах. Как правило, пробы измельчают в гомогенный порошок и переносят в специальный стакан для пробы перед выполнением измерений. Этот класс приборов очень полезен для скрининга и количественного определения сырья, такого как полимеры перед формовкой.

Другой класс приборов для РФ характеризуется коллимированным возбуждающим рентгеновским лучом, так называемые РФ-анализаторы в малой области и рентгенофлуоресцентные микроанализаторы, которые позволяют производить скрининг проб гораздо меньших размеров по сравнению со стандартным лабораторным РФ-оборудованием. Размер анализируемой области пробы может колебаться от 0,1 мм^2 до примерно 10 мм^2. Некоторые из этих приборов способны измерять как состав, так и толщину многослойных проб, если известна их структура.

И, наконец, портативные ручные РФ-приборы, которые обеспечивают высокую степень универсальности при отборе проб и, следовательно, могут использоваться для скрининга и анализа по месту эксплуатации оборудования в различных обстоятельствах. Эти приборы позволяют производить замеры проб любого размера и формы, поскольку анализатор располагается на пробе, а не проба извлекается из объекта и помещается в прибор. Типичный размер участка для портативных РФ-приборов варьирует в пределах примерно 3 – 10 м^2, что в некоторых случаях может быть слишком много для анализа малых объектов.

Все три конфигурации РФ-анализаторов, рассматриваемые здесь, обеспечивают пределы обнаружения, приемлемые для скрининга.

Е.3 Факторы, влияющие на результаты РФ

При использовании методов РФ-анализа присутствуют несколько факторов, которые могут оказать влияние на качество результатов. Некоторые из этих факторов перечислены ниже:

– важно, чтобы анализируемая проба была гомогенной для обеспечения надежности количественных результатов;

– необходимо гарантировать, что в измерительную область анализатора входит только интересующая область пробы;

– важно знать глубину проникания рентгеновских лучей в анализируемый материал, чтобы правильно интерпретировать полученные результаты;

– в процессе анализа многослойных проб следует использовать специализированное программное обеспечение, которое будет должным образом учитывать толщину и состав каждого слоя.

Е.4 Практические примеры скрининга методом РФ

Следующие примеры иллюстрируют то, как РФ-скрининг может использоваться для определения соответствия различных проб и как результаты скрининга влияют на дальнейшее принятие решений при отборе проб.

E.4.1 Шнур питания переменного тока

На рисунке E.1 показан один конец шнура питания переменного тока. При визуальном осмотре шнура можно выделить три отдельные секции, отмеченные стрелками. Эти секции также были выбраны в качестве проб (испытуемых участков) для скрининга методом РФ. В таблице E.1 приведены результаты скрининга изделия.

Таблица E.1 – Выбор проб для анализа шнура питания переменного тока

Выделенная секция	Материал	Контролируемые элементы	Вероятность присутствия	Выбрать для анализа
Пластиковая изоляция кабеля	Полимер	Pb, Br, Sb [1)]	Высокая	Да
Пластиковый корпус заглушки	Полимер	Pb, Br, Sb [1)]	Высокая	Да
Металлические ножки	Сплав металла	Cu, Zn, (Pb)	Средняя	Да

[1)] Присутствие брома (Br) и сурьмы (Sb) может указывать на использование регламентированного бромированного ингибитора горения.

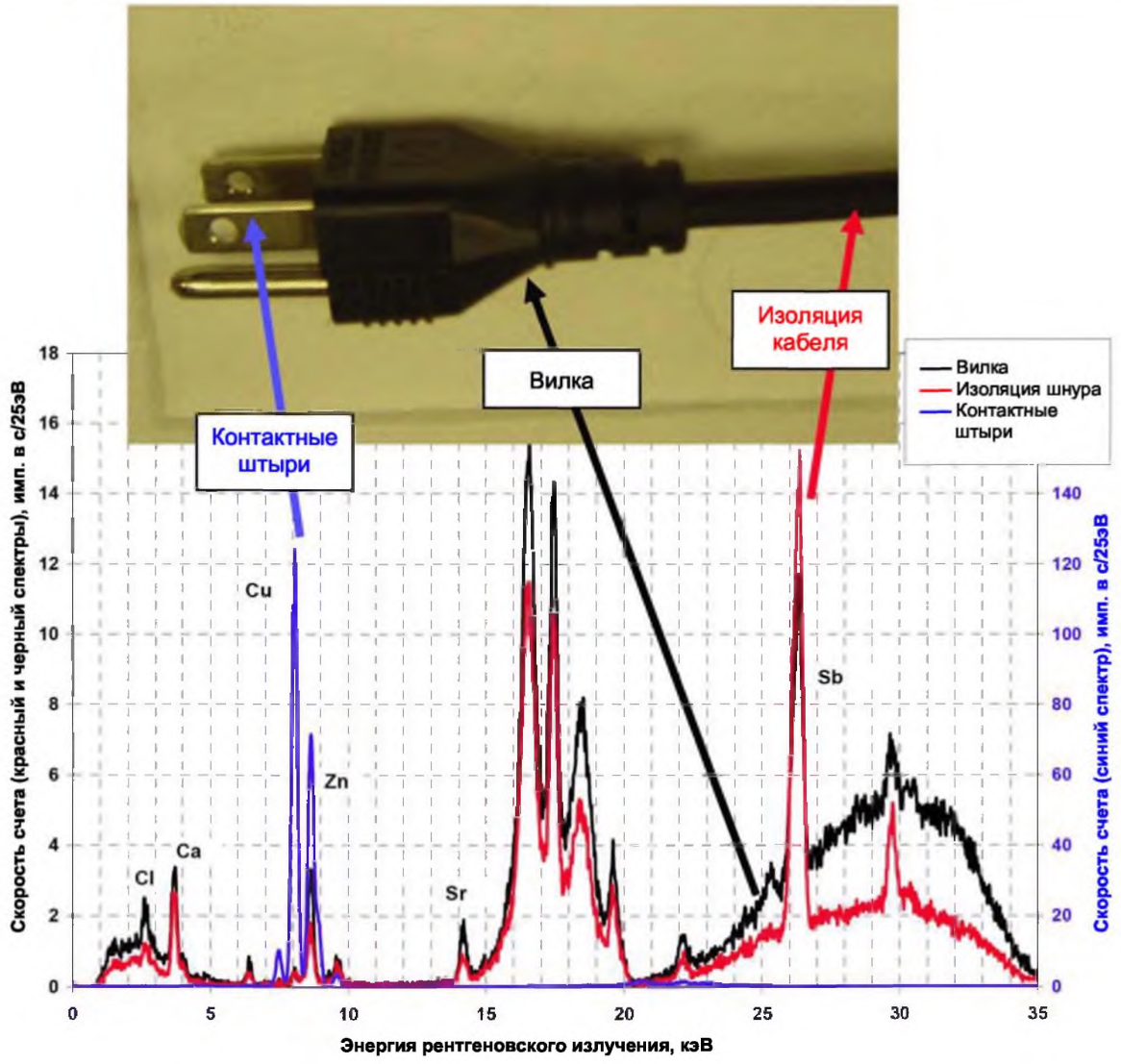


Рисунок E.1 – Шнур питания переменного тока, рентгеновские спектры отобранных секций

Три области отбора проб были выбраны, исходя из вероятности присутствия регламентированных веществ и опираясь на знания о конструкции изделия. Например, полимеры, применяемые для вилок, проявляют тенденцию к содержанию Pb в высоких концентрациях (в пределах процента). Рентгеновские спектры, возбуждаемые в каждой «пробе», показаны на рисунке Е.1. Ни изоляция шнура, ни полимер вилки не содержат регламентированных веществ. Присутствует кальций (Ca), стронций (Sr), цинк (Zn) и сурьма (Sb) как в изоляции кабеля, так и в вилке. Вилка также обнаруживает присутствие хлора (Cl), который может свидетельствовать о том, что вилка изготовлена из ПВХ. Однако ни одна из этих двух частей не содержит Pb или Br. Соединительные штыри изготовлены из никелированной латуни. До этого момента в процессе отбора проб и скрининга кабель соответствует требованиям. Таким образом, шнур требуется разобрать (в данном случае разрушающим способом) и испытать его части на присутствие Pb на внутренних местах припайки проводов к соединительным штырям. Изоляция каждого отдельного провода в кабеле также должна быть испытана.

Е.4.2 Последовательный кабель RS232

На рисунке Е.2 представлен кабель принтера, который содержит регламентированное вещество в количестве, превышающем допустимый уровень. В данном случае изоляция кабеля содержала 2500 мг/кг свинца, тогда как вилка содержала 7600 мг/кг свинца. Эти результаты, полученные без разборки изделия, показали его несоответствие требованиям по причине чрезмерного содержания Pb, что в конечном счете исключило необходимость дальнейшего анализа. С целью экспертизы, например для определения первопричины загрязнения в производственном процессе, может оказаться полезным дальнейший отбор проб и анализ кабеля.

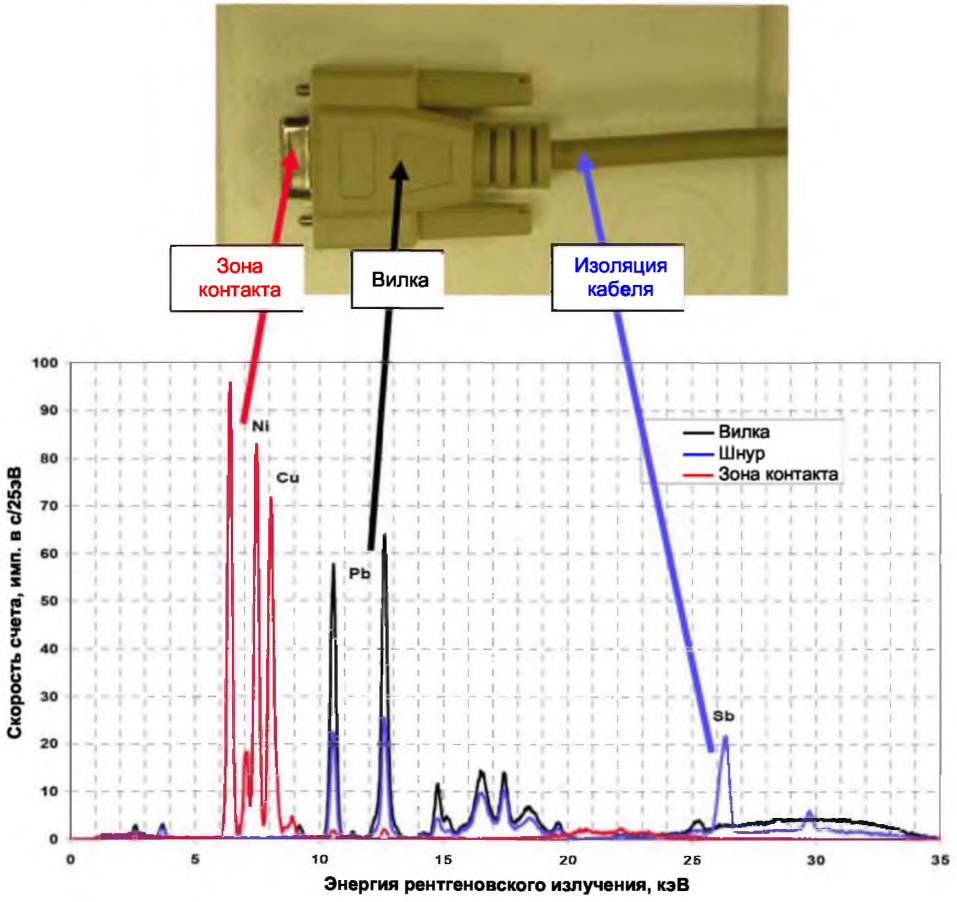


Рисунок Е.2 – Кабель RS232 и его рентгеновские спектры

E.4.3 Зарядное устройство сотового телефона

На рисунках E.3 и E.4 показано частично разобранное зарядное устройство переменного тока для сотового телефона. Как видно из таблицы E.2, имеется не менее десяти различных зон (частей), доступных для прямого отбора проб.

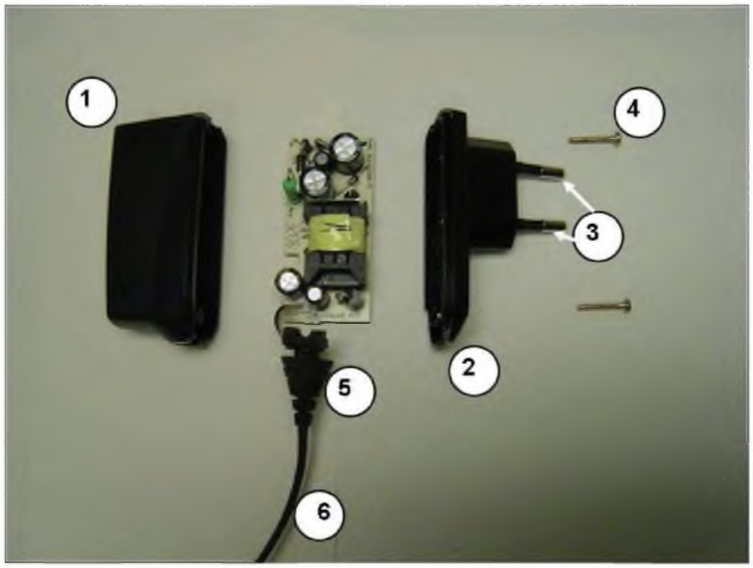


Рисунок E.3 – Зарядное устройство сотового телефона в частично разобранном виде

Таблица E.2 – Выбор проб (места испытаний) для анализа после визуального осмотра. Зарядное устройство сотового телефона

Номер пробы	Выделенная секция	Материал	Контролируемые элементы	Вероятность присутствия	Выбрать для испытаний?
1	Пластиковая черная крышка	Полимер	Pb, Br, Sb [a)]	Средняя	Да
2	Дно пластиковой заглушки	Полимер	Pb, Br, Sb [a)]	Средняя	Да
3	Контактные штыри	Металл	Br, Cu, Zn, (Pb)	Низкая	Да
4	Винты	Металл	Cr [b)], Cd	Высокая	Да
5	Изоляционная втулка	Полиуретановый каучук (?)	Pb, Br, Sb [a)]	Средняя	Да
6	Изоляция кабеля	Полиуретановый каучук (?)	Pb, Br, Sb [a)]	Средняя	Да
7	ПП	Комбинированный	Br	Высокая	Да
8	Контактный штырь	Металл	Pb, Cr [b)]	Низкая	Да
9	Изоляция штекера	Полиуретановый каучук (?)	Pb, Br, Sb [a)]	Средняя	Да
10	Ремешок на липучке	Синтетическое волокно	Cr [b)], Sb [a)]	?	Да

[a)] Присутствие брома (Br) и сурьмы (Sb) может указывать на использование регламентированного бромированного ингибитора горения.

[b)] Присутствие хрома (Cr) может указывать на использование регламентированного шестивалентного хрома (Cr^{6+}).

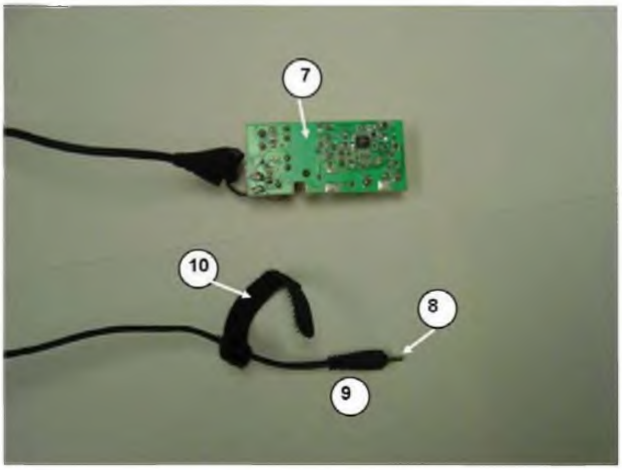


Рисунок Е.4 – Печатная плата и кабель зарядного устройства сотового телефона

Пример зарядного устройства сотового телефона очень показателен. Во-первых, для зарядного устройства возможен отбор проб и анализ без разборки. Когда проводился анализ его корпуса (проба 1 на рисунке Е.3) перед разборкой, было обнаружено содержание Br в зависимости от места от 2600 до 7000 мг/кг. Если на этом этапе анализ был остановлен, можно предположить, что была признана необходимость проведения подтверждающего анализа корпуса зарядного устройства на ингибиторы горения. Однако, чтобы открыть это устройство требуется извлечь лишь два винта, поэтому первый шаг разборки очень прост. Когда после разборки был произведен замер пробы 1, выяснилось, что она не содержит Br. Далее была проанализирована проба 7. Это участок печатной платы без компонентов, поэтому может быть напрямую проанализирован с использованием РФ-анализатора. Фактический анализ этой пробы показал содержание 5,5 % Br, что обусловливает необходимость дальнейшего анализа на ингибиторы горения. Аналогичным образом трансформатор, изображенный на рисунке Е.4, показал 8,9 % Br. Этот пример иллюстрирует, как после простой разборки стало возможным определить, что соединения Br содержатся не в пластиковом корпусе зарядного устройства, а в ПП и трансформаторе. Обратите внимание, что даже при проведении анализа без разборки было возможно определить повышенные уровни Br в изделии в целом.

Е.4.4 Испытание печатной платы

Испытание ПП представляет сложную задачу по анализу элементов поверхностного монтажа малого размера, которые расположены на ПП, заполненной множеством других мелких частей.

Обычно возбуждающий рентгеновский луч коллимируется внутри прибора, и эта коллимация определяет область пробы, замер которой осуществляет система. На рисунке Е.5 показана область измерения, полученная на двух различных коллиматорах при проведении анализа одного паяного соединения на ПП. В случае коллиматора диаметром 1,27 мм (рисунок Е.5а) размер области измерения превышает размер самой пробы, и результаты этого измерения будут включать в себя некоторое количество припоя, ПП, металлическую дорожку на плате и сам компонент. В случае коллиматора диаметром 0,3 мм (рисунок Е.5b) размер области измерения достаточно мал, чтобы результат измерения определялся только припоем.

Этот пример иллюстрирует важность соответствия размера области измерения прибора и размера анализируемого объекта (пробы).

Обратите внимание, что в случае коллимации диаметром 1,27 мм прибор анализировал часть ПП, обнаруживая проблему влияния толщины пробы на результаты измерения. Поскольку материал ПП поглощает меньше рентгеновских лучей, например Pb по сравнению с припоем, то толщина ПП будет оказывать влияние на результаты измерения для Pb. Обычно требуется не менее 5 мм материала ПП, чтобы его толщина не оказывала влияния на анализ Pb. С другой стороны, при использовании коллиматора диаметром 0,3 мм вся область измерения ограничивается только паяным соединением. Поскольку толщина припоя обычно сильно превышает так называемую бесконечную толщину для Pb и Sn, то результат измерения для Pb будет точным.

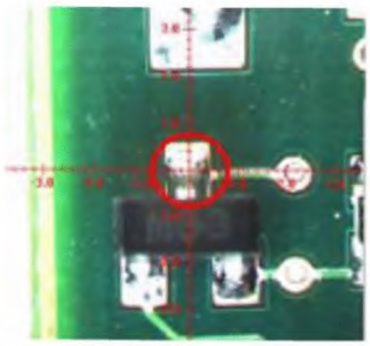


Рисунок Е.5а – Участок из коллиматора диаметром 1,27 мм

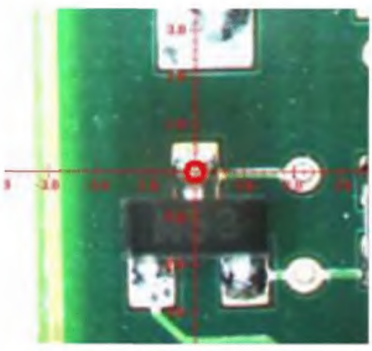


Рисунок Е.5b – Участок из коллиматора диаметром 0,3 мм

Рисунок Е.5 – Участки из коллиматоров диаметром 1,27 и 0,3 мм

Е.4.5 Создание РФ-карты элементов

Некоторые РФ-приборы оборудованы опцией, которая позволяет создавать элементные карты. Эти приборы могут получать и записывать фотографические изображения пробы, например ПП, а затем создавать карты интенсивности рентгеновских лучей, на которых отмечено присутствие и концентрация измеряемых веществ (элементов) в каждой сканируемой точке пробы. Сопоставляя исходное фотографическое изображение пробы с картой или картами интенсивности, можно получить данные о распределении конкретных веществ (элементов) в пробе. Такая информация в сочетании со знанием структуры пробы чрезвычайно полезна при определении присутствия регламентированных веществ в случаях, являющихся или не являющихся исключением.

В случае ПП часть с самой высокой вероятностью присутствия регламентированных веществ – это припой. При составлении карт веществ результаты показаны на рисунке Е.6. Основной вопрос – является ли обнаруженный в плате Pb исключением. В нижней части рисунка Е.6 показана комбинированная карта Pb и Sn. Pb отмечен зеленым цветом, а Sn – красный в зеленом.

Количественные результаты анализа ПП на участках 1 и 2 представлены в таблице Е.3. На участке (1) Pb присутствует вместе с Sn (Pb/(Sn + Pb) = 85 %), что предполагает содержание Pb в высокотемпературном припое, а, следовательно, его содержание является исключением из ограничений. На участке (2) Pb присутствует без Sn, но с другими элементами, такими как кремний (Si) и титан (Ti), что при сопоставлении с фотографией дает возможность предполагать, что Pb содержится в стекле или керамике. Следует отметить, что когда регламентированное вещество идентифицировано на карте, оно может указывать на регламентированное применение, исключенное применение либо даже на регламентированное и исключенное применение в одном компоненте, что часто справедливо для Pb (см. рисунок 15). Дальнейшая оценка требуется для определения фактической ситуации.

Будучи очень полезным, составление РФ-карт – длительная процедура. Карты, представленные в этом примере, были получены с использованием прибора, в котором применяется рентгеновский луч 50 кВ и диаметром 100 мкм. Сканирование одной стороны платы размером 100 × 50 мм заняло 1500 с.

Примечание – По методу СЭМ-ЭДРФ. Этот метод упомянут здесь только для полноты и с целью обратить внимание на существование этого инструмента. СЭМ-ЭДРФ использует характерные рентгеновские лучи, генерируемые электронным лучом в электронном микроскопе. Поскольку электроны имеют очень малую глубину проникания в твердое вещество, СЭМ-ЭДРФ обычно является в лучшем случае качественным инструментом. Этот метод анализирует только материал на самой поверхности пробы. Основным преимуществом СЭМ-ЭДРФ является то, что она может использоваться для скрининга очень малых (микронных размеров) проб и определения присутствия веществ в очень малых объемах. На рисунке Е.7 показано поперечное
сечение шарика припоя из сплава SAC (олово-серебро-медь, Sn-Ag-Cu), загрязненного свинцовым припоем. Pb группируется в малых интерметаллических доменах в объеме оловянного сплава. СЭМ-ЭДРФ – очень сложный метод, который может использоваться только высококвалифицированным и опытным персоналом, обычно учеными – специалистами по РФ.

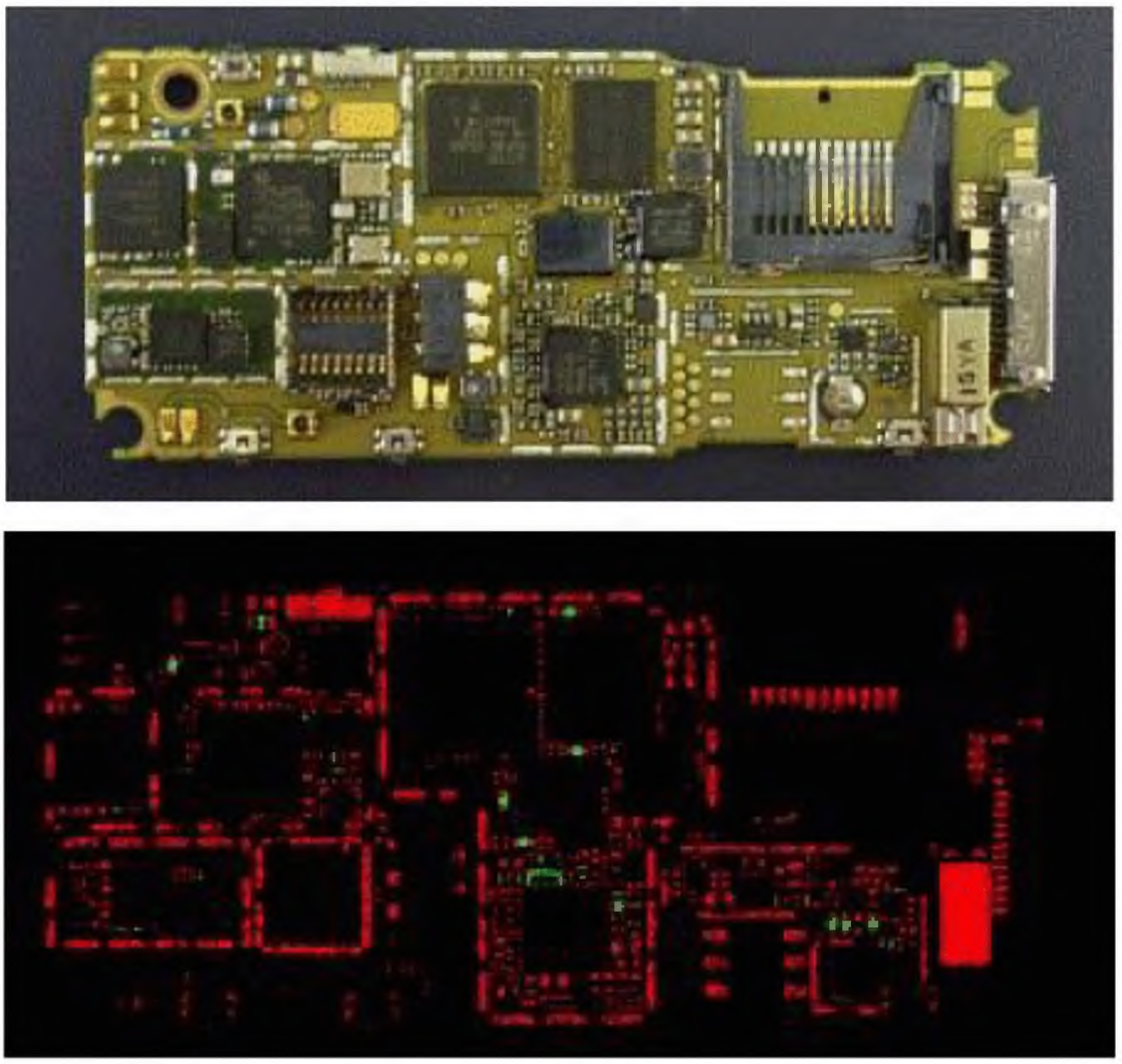


Рисунок Е.6 – Примеры карты веществ на печатной плате

Таблица Е.3 – Результаты РФ-анализа в участках 1 и 2, показанных на рисунке Е.6

Участок	Si, %	Cu, %	Zn, %	Sn, %	Pb, %	Ti, %	Fe, %
1	5,2	18,6	43	6,25	35,98	–	–
2	6,5	1,7	3,9	–	82,9	3,9	1,2

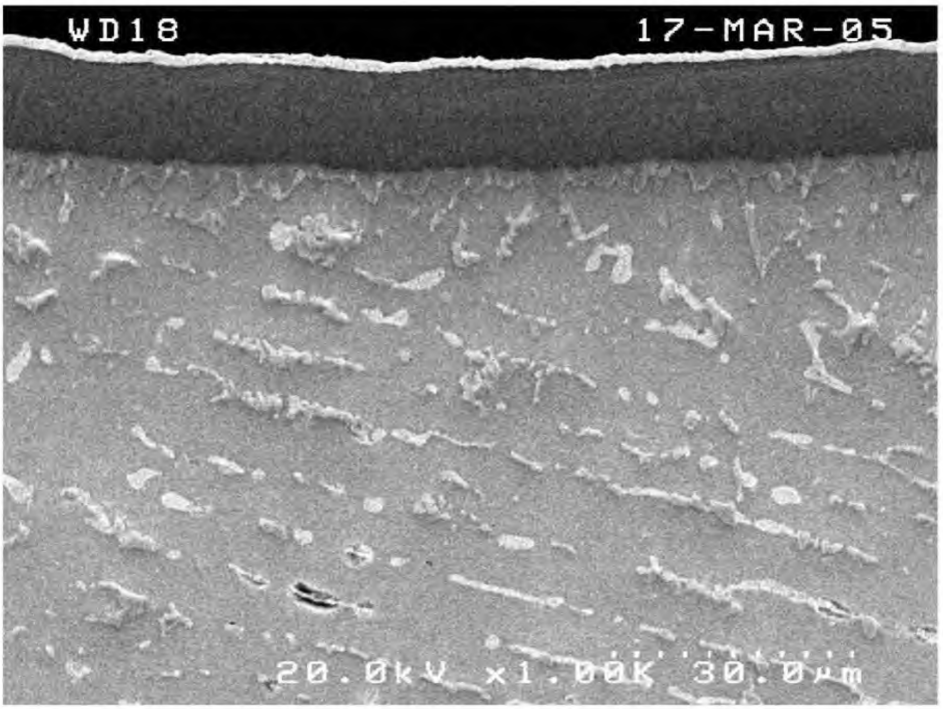


Рисунок Е.7 – СЭМ-ЭДРФ снимок припоя, не содержащего свинца, с небольшими включениями Pb (размер = 30 мкм)

Библиография

[1] IEC 60730-1:1999 Automatic electrical controls for household and similar use – Part 1: General requirements
(Автоматические электрические управляющие устройства бытового и аналогичного назначения. Часть 1. Общие требования)

[2] IEC/TS 62239:2008 Process management for avionics – Preparation of an electronic components management plan
(Управление производством авиационной радиоэлектроники. Подготовка плана управления электронными компонентами)

[3] JEDEC JESD22-B117 Solder ball shear procedure
(Процедура среза шариков припоя)

[4] IEC Guide 114:2005 Environmentally conscious design – Integrating environmental aspects into design and development of electrotechnical products
(Проектирование с учетом экологических аспектов. Включение экологических аспектов в проектирование и разработку электротехнической продукции)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту

Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
IEC 62321:2008 Изделия электротехнические. Определение уровней шести регламентированных веществ (свинца, ртути, кадмия, шестивалентного хрома, полибромбифенилов, полибромированных дифениловых эфиров)	IDT	СТБ IEC 62321-2012 Изделия электротехнические. Определение уровней шести регламентированных веществ (свинца, ртути, кадмия, шестивалентного хрома, полибромбифенилов, полибромированных дифениловых эфиров)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 26.04.2012. Подписано в печать 07.06.2012. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная. Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 6,04 Уч.- изд. л. 2,92 Тираж 10 экз. Заказ 870

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru