



中华人民共和国国家标准

GB/T 39560.2—2020/IEC 62321-2:2013

电子电气产品中某些物质的测定 第2部分：拆解、拆分和机械制样

**Determination of certain substances in electrical and electronic products—
Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation**

(IEC 62321-2:2013, Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation, IDT)

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施



国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义、缩略语	2
4 取样简介	3
5 取样	6
6 取样的结论与建议	11
7 机械样品制备	11
附录 A (资料性附录) 取样与拆分的过程示例	14
附录 B (资料性附录) 含有某些物质的概率	23
附录 C (资料性附录) 混合检测与取样	26
附录 D (资料性附录) 取样使用的工具	28
附录 E (资料性附录) 手机拆解与元器件拆分的示例	29
参考文献	40

前 言

GB/T 39560《电子电气产品中某些物质的测定》目前分为以下几个部分：

- 第1部分：介绍和概述；
- 第2部分：拆解、拆分和机械制样；
- 第3-1部分：X射线荧光光谱法筛选铅、汞、镉、总铬和总溴；
- 第4部分：CV-AAS、CV-AFS、ICP-OES和ICP-MS测定聚合物、金属和电子件中的汞；
- 第5部分：AAS、AFS、ICP-OES和ICP-MS测定聚合物和电子件中的镉、铅和铬与金属中的镉和铅；
- 第6部分：气相色谱-质谱仪(GC-MS)测定聚合物中的多溴联苯和多溴二苯醚；
- 第7-1部分：六价铬 比色法测定金属上无色和有色防腐镀层中的六价铬[Cr(VI)]；
- 第7-2部分：六价铬 比色法测定聚合物和电子件中的六价铬[Cr(VI)]；
- 第8部分：气相色谱-质谱仪(GC-MS)与配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱仪(Py/TD-GC-MS)测定聚合物中的邻苯二甲酸酯。

本部分为GB/T 39560的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用IEC 62321-2:2013《电工产品中某些物质的测定 第2部分：拆解、拆分和机械制样》。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 39560.1—2020 电子电气产品中某些物质的测定 第1部分：介绍和概述(IEC 62321-1:2013, IDT)
- GB/T 39560.301—2020 电子电气产品中某些物质的测定 第3-1部分：X射线荧光光谱法筛选铅、汞、镉、总铬和总溴(IEC 62321-3-1:2013, IDT)

本部分还做了下列编辑性修改：

- 为了与我国现有标准系列一致，将标准名称改为《电子电气产品中某些物质的测定 第2部分：拆解、拆分和机械制样》；
- 将“豁免”改为“应用例外”。

本部分由全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会(SAC/TC 297)提出并归口。

本部分起草单位：中国电子技术标准化研究院、深圳赛西信息技术有限公司、兰州北科维拓科技股份有限公司、中国家用电器研究院、华测检测认证集团股份有限公司、广东升威电子制品有限公司、海信视像科技股份有限公司、爱普生(中国)有限公司、广东美的制冷设备有限公司、宁波检验检疫科学技术研究院、工业和信息化部电子第五研究所、广州海关技术中心、中国信息通信研究院、中兴通讯股份有限公司、威凯检测技术有限公司、中国质量认证中心华南实验室、京东方科技集团、纳优科技(北京)有限公司、TCL华星光电技术有限公司。

本部分主要起草人：高坚、邢卫兵、程涛、赵强、柳巍、赵宇宁、洪金鑫、邵淑红、刘文敬、陶云、曹国洲、周丽、李全忠、卢春阳、王显、朱嘉、秦志钧、方咪婵、杨李锋、夏振宇。

电子电气产品中某些物质的测定

第2部分：拆解、拆分和机械制样

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 39560 的本部分规范了从电子电气产品、电子组件和元器件中进行取样及机械制样的策略。这些样品可用于 GB/T 39560 其他部分规范的检测方法进行某些物质含量的分析测试。物质的限制因地区和时间的不同而异。本部分描述了在测定所关注物质之前获取并制备样品的通用过程。

本部分不提供以下内容：

- 可被归类为电子电气设备的每种产品的详细指南。由于存在各种各样具有不同结构和过程的电子电气设备、以及行业的持续创新，因此试图提供所有种类电子元器件的拆分过程是不现实的。
- 通过其他途径收集产品中某些物质附加信息的指南，即使根据指南所收集的信息与本部分的取样策略相关。
- 电子电气产品（例：含汞开关）和回收产业中[例：如何处理阴极射线管（CRT）或电池安全移除]相关的安全拆解说明与机械拆分说明。关于含汞荧光灯的拆分与机械制样，可见 IEC 62554^[2]。
- 作为样品的“单元”的定义。
- 包装与包装材料的取样程序。
- 旨在测定某些物质含量的分析程序。在本系列标准中被称为“检测标准”的其他部分（例：GB/T 39560 的其他部分）涉及这些分析程序。
- 符合性的评估指南。

注 1：关于评估程序的进一步指南由 GB/Z 30374-2013^[1] 提供。

注 2：该标准部分内容来自上一标准 IEC/PAS 62596:2009^[3]。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

IEC 62321-1 电工产品中某些物质的测定 第1部分：介绍和概述（Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 1: Introduction and overview）

IEC 62321-3-1 电工产品中某些物质的测定 第3-1部分：X射线荧光光谱法筛选铅、汞、镉、总铬和总溴（Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 3-1: Screening-Lead, mercury, cadmium, total chromium and total bromine using X-ray fluorescence spectrometry）

IEC 62321-3-2 电工产品中某些物质的测定 第3-2部分：燃烧-离子色谱法筛选测试聚合物和电子件中的总溴[Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 3-2: Screening-

Total bromine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC)]

IEC 62321-4 电工产品中某些物质的测定 第4部分:CV-AAS、CV-AFS、ICP-OES和ICP-MS测定聚合物、金属和电子件中的汞(Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 4: Determination of mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS)

IEC 62321-5 电工产品中某些物质的测定 第5部分:AAS、AFS、ICP-OES和ICP-MS测定聚合物和电子件中的镉、铅和铬与金属中的镉和铅(Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 5: Determination of cadmium, lead and chromium in polymers and electronics and cadmium and lead in metals by AAS, AFS, ICP-OES, ICP-OES and ICP-MS)

3 术语和定义、缩略语

3.1 术语和定义

IEC 62321-1界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1

混合检测 composite testing

必要时,将可以进行机械拆分的两种或两种以上材料作为单个样品进行检测。

3.1.2

某些物质 certain substance

镉、铅、汞、六价铬、多溴联苯、多溴二苯醚

注:IEC 62321-1概述了评价上述定义中每种物质的测试方法。

3.2 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

AC:交流电(alternating current)

BGA:焊球阵列封装(ball grid array)

CRT:阴极射线管(cathode ray tube)

DVD:高密度数字视频光盘(digital versatile disc)

IC:集成电路(integrated circuit)

JEDEC:电子器件工程联合委员会(joint electronic devices engineering council)

LCD:液晶显示器(liquid crystal display)

MDL:方法检出限(method detection limit)

OEM:原始设备制造商(original equipment manufacturer)

PAS:公共可用规范(publicly available specification)

PCB:印刷电路板(printed circuit board)

PDA:个人数字助理(personal digital assistant)

PWB:印制线路板(printed wiring board)

SIM:用户身份模块(subscriber identity module)

SMD:表面贴装器件(surface mounted device)

TFT:薄膜晶体管(thin film transistor)

TV:电视机(television)

USB:通用串行总线(universal serial bus)

4 取样简介

4.1 介绍

获取样品(即取样)是分析电子电气产品中某些物质含量的第一步。取样的策略和过程往往与分析测试本身同等重要。有效的取样策略需要清楚地了解电子电气产品、分析原因以及拟满足的要求。

由于多种原因,需要进行某些物质的取样和检测:

- 企业间商业行为(例如 OEM 和部件制造商之间的合同协议);
- 符合法规限值;
- 司法鉴定/影响评估(产品不满足合同要求或法定要求的原因、不满足情况发生的时间以及受到影响的产品数量)。

4.2 某些物质的要求和关注点

虽然许多部门、行业团体以及其他利益相关方具有自己的要求,但是本文件不详细讨论这些差异。然而,意识到某些物质的不同限值是制定取样策略的重要一步。本条强调了与某些物质要求有关的主要关注领域:

- 某些物质:并非所有地区或行业团体都限制相同的物质。例如,有些地区已经选择限制使用几种特定的 PBDE 化合物,而其他地区则广泛地限制这类阻燃剂。对产品、元器件等进行取样时,一定要清楚适用的法律要求。
- 某些物质的限值:一般而言,大多数某些物质的允许限值均小于 1 000 mg/kg。一些地区与行业团体的限值小于 1 000 mg/kg。但对于其他类型产品其某些物质的限值大于 1 000 mg/kg,例如铜铝合金中的铅。
- 允许限值的应用:电子电气产品中允许限值的应用方式决定了取样策略和测试结果的合理解释。许多地区的允许限值是针对“均质材料”的。本文件的“均质材料”定义是根据 IEC 62542:2013^[1]所述。然而,对于“均质材料”的定义在不同地区之间也不一致。
- 适用的应用例外情况:某些类型的电子电气产品可以豁免某些物质要求。这些应用例外情况可能基于不同原因,其中包括限制的范围(如用于军事目的)、材料的应用(如高温焊料)、样本容量或产品的电气特性。

4.3 电子电气产品的复杂性和相关挑战

在制定取样策略时,电子电气产品的复杂特征是另一个重要考虑因素。这些特征关系到取样和分析的实际执行。以下要素确认与分析 and 取样相关:

- a) 小型化:小型化是电子电气行业的主要趋势之一。意味着更小的体积可提供更多的功能。每平方厘米级的印刷线路板(PWB)使用的元器件和材料数量在逐年增多。难以从如此少量材料中取样测试。例如,表面贴装器件(SMD)的尺寸太小无法采用常规工具进一步拆分或分开,而且拆分获得的样品量太少而无法满足常规测试要求。
- b) 均质材料的数量:许多元件具有复杂的结构,并具有不同材质的层状结构。通常情况下,单个元器件具有超过 10~20 个材料层,但是许多电子电气产品或组件则包含成百上千个元器件。这意味着一个电子电气产品可能有超过 1 000~10 000 种均质材料。通常这些均质材料结合太紧密以至采用常规方式无法完全拆分(见图 2)。经验表明,成分通常由于材料之间的分子扩散而改变(例如含铅基材可以影响镀层成分)。同样,现代电子电气产品由多种元器件和零部件组成。例如,典型的电视或笔记本电脑包含数千个零部件/元器件。因此,OEM 的设计数据库可能包含数万个元器件。在附录 E 中,对移动电话的拆分进一步表明了这一点。

- c) “不可见”物质:关于取样和分析的另一复杂因素为:通常无法看到某些物质。含有某些物质的元器件与不含某些物质元器件具有相同外观和性能。某些物质的存在与否可能因生产过程中的批次而异,而且没有任何易于观察的线索。对于某些物质的存在,虽然有一些明显的迹象(例如钢材表面的黄色覆层表示存在六价铬),但是无法进行目视检测。
- d) 批次差异:大多数制造商组装产品会同时使用多个供应商的商品元器件,例如电缆、电阻器和电容器。因为只要商品元器件符合规范,则技术层面完全可以互换,因此生产过程中可将其混用。但是,在大多数情况下,它们的化学成分不同。而且,经验表明,商品制造商可能会更改基材(例如在短缺时),从而导致化学成分的变化。如果元器件仍然满足其技术规范,则一般不会告知此类变更。
- e) 供应链的深度:制造电子元器件/零部件涉及一条复杂的供应链。外部电缆等相对简单产品的供应链深度至少可达到七层。对于复杂元器件例如 LCD 或 IC 等,其供应链则更深。

电子电气技术行业的这些特征表明,某些物质的管理以及取样与分析并不简单。元器件的尺寸与数量、以及供应链的复杂性使得完全掌握某些物质在电子电气产品中的分布极具挑战性。对于复杂产品而言,在供应链上游(对于成品)进行均质材料层面取样与测试不切实际。

注:某些物质的氧化态可能随时间推移而不稳定。例如,防腐层中六价铬的浓度可随时间和存储条件发生显著变化。

4.4 取样策略

尽管不同种类电子电气产品可使用不同的取样方法,但是可以归纳出一种适用于绝大多数情况的通用程序。取样、拆解和拆分的流程如图 1 所示。

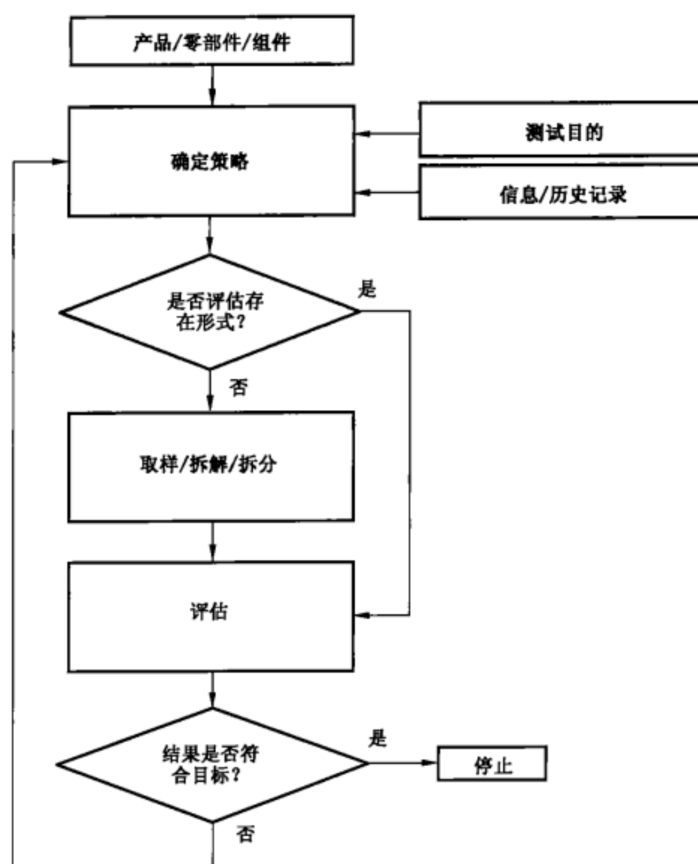


图 1 取样的一般流程

图 1 所示的流程具有多次循环,其中包括:

- 循环 1:部分拆解(见 5.3);
- 循环 2:完全拆解(见 5.4);
- 循环 3:部分拆分(见 5.5);
- 循环 4:完全拆分(见 5.6)。

这些循环的详细说明见第 5 章。

制定特定电子电气产品/零部件/组件的取样策略从信息收集阶段开始。需要考虑的一些基本问题包括:

- 产品/零部件/组件的复杂性如何?在均质材料层面考虑取样与测试是否切实可行?
- 限制物质是哪些?
- 这些物质的允许限值是多少?
- 是否存在适用的应用例外情况?
- 物料清单是否适用于产品中的元器件/组件/材料?
- 是否提供元器件的规范/图纸?
- 产品中元器件与材料的供应链深度如何?
- 是否提供产品的材料声明?
- 是否存在产品或类似产品过往任何可能有用的评估经验?
- 是否存在产品所使用材料或零部件基体的任何公开发表文件?
- 之前是否对该产品或类似产品进行可能有用的任何筛选测试(如 X 射线荧光)?
- 是否存在产品或类似产品所使用材料/零部件生产过程(金属制造或 IC 生产)有关的任何有用信息?
- 元器件或材料供应商是否存在任何过程控制意识(例如制造商的信任度水平)?
- 是否存在元器件或材料供应商的相关历史信息?

这些问题的答案和其他特征将会影响取样策略。组织在供应链中的位置将决定取样的适用程度。当产品/元器件等在投产阶段时,需要更加深入的取样策略而不是偶然性的验证检查。为了优化成本与效率,需要了解检测的期望结果。如上所述,一般无法对所有元器件/材料进行取样和测试。组织需要确定投入/成本与取样策略效率之间的最佳平衡。减少取样测试投入和成本需要考虑以下一些因素:

- 含有某些物质概率较小的均质材料(不太可能含有受限物质,因此即使不进行检测,不符合性风险也较低,参见附录 B);
- 某些物质适用的应用例外情况(某些物质的存在并不影响其符合性);
- 材料声明;
- 历史检测数据(含有某些物质可能性证明);
- 混合取样与测试(单次测试中含有多种材料时应考虑其他因素,参见 5.7.3 和附录 C);
- 完成分析测试所需的最小样品尺寸和实施有效测试所需的样品数量。

取样策略将在很大程度上取决于分析的最终目标。一种策略(执法机构通常采用)是一种分析产品是否含有至少一种超过限值的某些物质。这种方法采用逐渐地选择性取样,目标是集中在已知的或可能含有某些物质的产品零部件上。每个取样阶段应逐个分析。如果测试结果显示没有超标限值的某些物质,则可以进一步进行取样和分析。一旦测试结果显示任一零部件中有一种物质超过限值,则整个产品判定为不符合,则不再进行进一步的取样和测试。附录 B 提供了目前可能存在一种或多种某些物质的部件列表。

另一项策略是证明产品的整体符合性,尽量达到均质材料级别。这是适用于产品或元器件制造商的经典方法。应当从每种单独的材料或元器件进行取样,其目标是涵盖产品/组件中的所有元器件和材

料,其他途径也可能用于产品信息的收集,沿着供应链去收集资料和分析报告可以降低取样和分析的投入。

一旦确定分析目标,则应考虑测试的可行性(例如样品质量/尺寸/体积是否足够?)。对于存在可完全拆分或者含有某些物质高风险材料,有必要进行进一步的取样和拆分。表 B.1 用于辅助确定这些元器件和材料。

如果测试适宜,则应遵循相关测试程序。产品/零部件中存在某些物质可能适用于应用例外情况(示例如表 B.1 所示)。

图 1 所示流程是一个可在更深层次获取样品循环过程。过程实施的深度取决于取样策略的目标。筛选测试之后,根据需要执行进一步的分析检测。

5 取样

5.1 介绍

本部分仅提供通用取样指南,以形成适用于电子电气产品的取样策略原则。

取样之前,需要解决下列问题:

- a) 基于对产品了解,能否识别可能含有某些物质的零部件(参见附录 B)?
- b) 在不进行拆分的情况下,就可以分析这些零部件?
- c) 这些零部件是否可作为用于分析的均质材料?
- d) 选择分析用的零部件是否具有代表性?
- e) 被选择的样品质量、面积、厚度和体积等是否满足分析方法的要求?

这些问题的答案将决定取样策略、以及提供代表性样品所需的拆解与拆分程度,如可能,需要提供足够数量的有代表性的均质样品来进行有效分析。

如可能,取样应按最小程度拆解和拆分步骤进行。每个步骤通常采用筛选方式(见 IEC 62321-3-1 和 IEC 62321-3-2)对其有效性进行评估(见图 1)。根据评估结果和分析目标,如有必要,特别是对于产品元器件和材料的验证分析,需要执行进一步的拆解、拆分与取样。这种方法是最经济、最快捷、最有效的分析手段,特别是对成品。

电子电气产品的众多类型和多样性使其不能为每种产品提供详细的取样策略。但是,本程序提供了五个逐级递增拆分级别的取样示例。

附录 A 为某些典型电子电气产品提供了基于图 1 的通用取样流程图: DVD 播放器、阴极射线管、液晶电视机、PDA/电话、台式风扇以及两种元器件(薄膜电阻和 SMD 电位计)。

附录 D 列出了一些常用的拆解和拆分工具。

为避免可能发生交叉污染,强烈建议确定使用的工具不含某些物质。

附录 E 给出了一些拆解和拆分示例,其中涉及两种手机以及多种小型电子元器件的拆分,特别是集成电路引线框和 BGA 封装。

5.2 整机产品

从整机产品上取样是第一步,通过非破坏性的方式,可以不经过拆解和拆分就得到代表性的样品进行分析。

但是,“整机产品”具有相对性。例如,交流电源线是其制造商的完整产品,但只是电视机的一个部件。如果整机产品的结构非常简单,或者如果已知预期某些物质的位置,而且可以在不拆分的情况下对其进行检测,那么可以在不拆分的情况下对其进行评估。此类产品的示例包括电源线、打印机或其他外围电缆、设备外壳等。

注:对于诸如电源线等看似简单的产品,也甚至可能由 10~20 种不同的均质材料组成。

5.3 部分拆解

将产品拆解至其主要部件和组件,并在可能的情况下进行非破坏性检测。参见附录 E。

5.4 完全拆解

完全拆解则是尽可能分开所有零部件,同时允许重新装配得到可运行的产品。参见附录 E。

5.5 部分拆分

对于电子电气整机产品中某些物质的详细分析,通常需要对部件和组件进行进一步拆分。但是,一般无法将此类产品与其构成的均质材料完全拆分。因此,部件和元器件的取样与文件拆分应侧重于那些可能含有某些物质的零部件(见表 B.1)。当考虑用于分析的取样位置时,重要的是应了解这些产品的结构与材料及其所含某些物质的可能位置。

拆分后,分开的零部件和/或元器件将无法重新装配至运行状态。

从电子电气整机产品(例如手机、电视、个人电脑、冰箱等)中拆解的零部件和元器件典型示例包括:

- 印制线路板(PWB);
- 电阻器;
- 电容器;
- 半导体封装(IC);
- 变压器;
- 连接模组;
- 散热片;
- 连接电缆等。

5.6 完全拆分

完全拆分的目标是将所有零部件/元器件完全拆分至均质材料。这个通常不太实际,所谓的完全拆分只能将零部件/元器件拆分到可用工具和技术水平能够拆分到的均质材料。

在尝试将复杂部件与其均质材料“完全拆分”之前,专业经验、技能以及非破坏性分析有助于确定其内部结构和材料,可以借助以下:

- 专业知识;
- 技术文件;
- 以及借助于 X 射线荧光(XRF)筛选分析。

在识别拆分之前的材料方面,特别是在样品结构未知时,XRF 分析非常有效。但在说明结果时,应谨慎。

5.7 取样与拆分需要考虑的因素

5.7.1 引言

在 5.3~5.6 论述了拆解和拆分的多种情况。在细化到均质材料取样时明显存在某些困难。理论上,均质层面的取样可能继续下探至纳米级。但是在实践中,这种取样多为非常困难或极为耗时。检测方法检出限取决于质量/尺寸/体积。低于这些质量/尺寸/体积的检测可能致使检测方法不适用于确认限用物质是否低于限值。

在均质材料层面,通常难以进行某些物质的取样与分析,因此基本规则的正确理解至关重要,特别是在处理混合样品时。

5.7.2 所需的样品量大小

根据实践经验,宜使用下列最小样品量进行分析:

- IEC 62321-3-1
——在极大程度上取决于仪器、几何结构和材料。对于聚合物样品和铝基材样品,可能需要几毫米的厚度,而对于其他金属,只需要 1 mm 左右或更小。
- IEC 62321-3-2
——方法检出限小于 10 mg/kg 时,最小样品量为 10 mg。
- IEC 62321-4
——方法检出限小于 5 mg/kg 时,最小样品量为 0.5 g。
- IEC 62321-5
——方法检出限小于 50 mg/kg 时,最小样品量为 0.5 g。
——方法检出限小于 5 mg/kg 时,最小样品量为 1 g。
- IEC 62321-6^[5]
——每一种同系物,方法检出限小于 100 mg/kg 时,最小样品量为 100 mg。
- IEC 62321-7-1^[6]
——金属上的铬酸盐镀层,方法检出限小于 0.02 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 时,最小样品面积为 50 cm^2 。
- IEC 62321-7-2^[7]
——对于聚合物和电子元器件,方法检出限小于 15 mg/kg 时,最小样品量为 2.5 g。

某些物质由于基体效应可能超出这些参数范围。含量浓度较高的样品需要进行稀释,此时会导致方法检出限的提高。

对于小型部件,通常无法获取足够的样品量进行分析检测。为便于说明,使用 GB/T 39560 系列方法对典型工业引线框样品进行测试所需的最小样品量列于表 1 中。

表 1 分析检测引线框样品所需的最小样品量

材料层	每单位材料的重量/mg	Pb/Hg/Cd 分析所需的单元数量 ^a	Cr ⁶⁺ 分析所需的单元数量	PBB 分析和 PBDE 分析所需的单元数量
封装接线 ^{b,c,d,e,f}	1.7	368	N/A	N/A
管芯连接 ^{b,c,d,e,f}	0.7	893	N/A	179
引线框 ^{b,c,d,e,f}	42.0	15	N/A	N/A
引线框镀层 ^{b,c,d,e,f}	0.6	1 042	未知	N/A
模塑料 ^{b,c,d,e,f}	52.9	12	N/A	3
硅片 ^{b,c,d,e,f}	6.0	104	N/A	N/A
假设				
^a 可采用相同测试方法从一个样品中获得 3 种元素浓度。这里用于演示说明样本大小。实际上,根据表 B.1,在引线框架部件中不会出现 Hg 和 Cd。 如果需要多种物质进行分析,则所需的单元数量为每一种物质所需的单元数量之和。				
^b 最小样品量如 GB/T 39560 系列所述。				
^c 样品制备引起 20% 的体积(重量)损失。				
^d 从技术上而言,可以在不产生污染的情况下拆分每个材料层。				
^e 可从每一层 100% 的收集每种材料。				
^f 不适用于预计材料层中不存在的物质(见表 B.1)。				

表 1 所示为引线框材料层的铅检测在理论上需要 15 个样品。但是,如附录 E 所述,在实验室环境中,从引线框层获取足够量所需的实际样品数量接近 30~35 个样品。这是由于无法从每个单元收集整个引线框层,因此机械拆分过程应防止其他材料层的交叉污染。(由于 IC 插脚含有六价铬的风险极低,因此无需测试六价铬)因此,应将表 1 所示的数量视为“最佳情况”或“理论最小量”。

根据上述建议,按照 GB/T ×××× 进行六种某些物质检测需要的最小样品质量为 3.6 g。但是,根据材料的不同,在检测之前,机械制样(见第 7 章)期间的损失可能高达 20%。因此,为了分析限制六种物质,拟从零部件或元器件获取的最小样品质量为 $3.6/(1-0.2)=4.5$ g。金属材料层一般不使用阻燃剂,因此仅对于这些材料的分析,可将最小样品量减小至 $3.5/(1-0.2)\approx 4.4$ g。

由于检测所需的样品数量增加,元器件受污染的风险随之增加。即使元器件编号和/或性能和/或规范保持不变,元器件也可以取自不同的批次,和/或他们的材料也可以不同。因此,分析结果可能是受检样品平均值的误导(高浓度的某些物质在某些样品中被稀释),甚至分析结果并不确定。

因此,当测试所需要的样品数量很大时,如表 2 和表 1 中引线框,确切的分析结果会很困难。例如,是否可将为了分析收集的材料视为均质材料?使用的样品是否彼此相同?怎样来评估零部件的一致性?

5.7.3 样品量与检测限

样品量多少和检测限之间存在一种相反的关系。随着可用于分析用的样品量减少,目标物质检测的方法检出限增大。

随着元器件尺寸的减小,拆分过程会越难。但是,样品尺寸并非始终是(拆分)限制因素。例如,10 mm³ 的 IC 就比 4 mm³ 的压敏电阻更难拆分。由于难以拆分小型零部件,规定一个最小尺寸将非常有用,而当小于这一尺寸时,不再需要进行拆分。将小于这一最小尺寸的元器件粉碎,然后对得到的均质化材料进行分析,并将其视为取样与分析技术极限的“均质材料”,即使其实际上是多种均质材料的复合材料。在这种情况下,表 2 所述的检测限问题变得非常重要。应注意的是,在特定层面设定最小样品尺寸并没有解决与取样和分析检测相关的特定基本问题。

如果继续对最小均质材料进行拆分,则分析所需的材料数量取决于特定分析方法所需的最小样品数量,其中特定分析方法涉及样品类型、样品制备方法(见第 7 章)和分析方法。例如,当利用(将干灰化法作为样品制备程序的)ICP-MS 检测聚合物中的铅时,对于 1 mg/kg 的报告限,需要 0.02 g 样品,或者当使用 ICP-OES 时,对于 5 mg/kg 的报告限,需要 0.2 g 的样品。

一般而言,不同基材、样品制备技术以及分析方法的每个组合都需要最小样品量以达到所需要的报告限。随着样品量的减小,报告限增大。例如,在 0.02 g 的样品量下使用 ICP-OES 进行测试,报告限会增至 50 mg/kg。对用于测试某些物质的不同基材、样品制备技术以及分析方法,了解样品量大小和报告限之间的关系就非常重要。

5.7.4 可拆分样品的混合检测

当可检测的材料数量有限且难以获取时,了解目标限用物质存在的可能性尤其重要,以避免不必要检测(见表 B.1)。忽略这些考虑因素可能导致错误的结果。例如,无需对金属进行阻燃剂检测。但是,当收集 IC 引线或球芯时,少量的塑封料可能附于金属表面,从而提供阻燃剂源(污染引线或球芯)。实际上,此类交叉污染不可避免,需要加以考虑。

因此,可能产生由多种均质材料(“混合材料”)组成的试样出现一种或多种目标限用物质的阳性检测结果。当混合试样测试结果以“mg/kg”表述时,可能会小于允许限值。这种情况的说明见表 2 中的假设示例。当以混合试样的总浓度表述时,结果可能低于允许限值(即 1 000 mg/kg),同时基于其中均质材料的结果可能会超出允许限值。如表 2 所示,假设材料 A 含有大量的铅(Pb),在混合样品的总铅含量测试结果会因为其他材料的稀释而降低。混合样品的更多考虑因素参见附录 C。

表 2 混合样品中某些物质的含量示例

均质材料	质量分数 %	Pb 浓度 mg/kg	混合样品中的 Pb 浓度 mg/kg
A	25	1 200	300
B	25	600	150
C	20	0	0
D	15	0	0
E	15	40	6
混合样品的总数	100	/	456

5.7.5 不均匀的“均质材料”

对于那些无法进行机械拆分、同时又没有统一化学成分的零部件或元器件,与均质材料的定义本身存在冲突。如上所述,可能需要对这些样品均质化,并将其视为单一的“均质”材料,以便进行检测。但是,为了得到有效的分析结果,需要对元器件的结构和材料进行更加充分的了解。

在制备元器件样品将其作为单样品(如磨成粉末)进行检测时,分析结果是测试样品的整体质量的某些物质的平均含量。当同一物质的受限形式和非受限形式共存于样品中时,就会出现困难。如图 2 所示,对于无法进行机械拆分的电阻器,在限制应用(铅基镀层、上部横截面)和限制应用例外[氧化铅(PbO)玻璃、下部横截面]中均含有铅。取自该不可拆分元器件的混合样品无法区分铅的不同来源,因此,通过将电阻器作为混合样品进行检测,无法确定每种均质材料中铅的浓度。实际上,这适用于无法进行机械拆分的多种尺寸元器件。

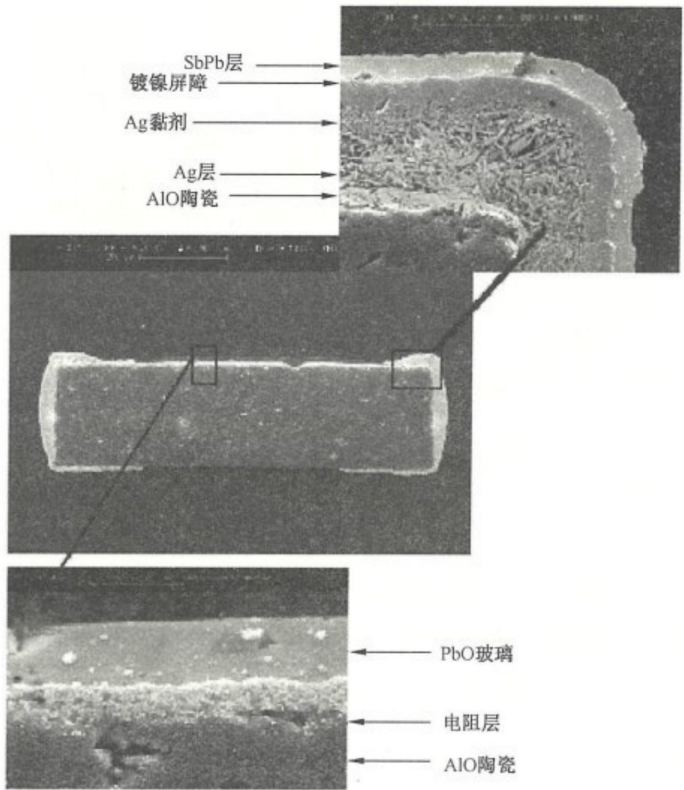


图 2 900 μm 宽的氧化铅基电阻器(SMD)的横截面

如果多种物质的限制应用适用于单一元件的均质材料,则应单独分析各个均质材料,而这在实际中极具挑战性。

需要制定策略应对这些挑战,特别是在电子电气产品尺寸持续变小、复杂性持续增加的情况下,同时某些物质的数量增加、允许限量降低。使用筛选方法收集更多的限制物质信息,而且可以作为横截面对材料进行现场分析,如图 2 所示(见 IEC 62321-3-1 和 IEC 62321-3-2)。但是,仍然很难区分同一物质的限制应用和限制应用例外。

5.7.6 均质材料取样部位的确定

虽然市售“均质材料”具有相同的物理特性或化学特性,但是它们的成分并非始终完全相同。如果检测所需的样品质量不超过材料可用质量的一半,则应在多个部位进行取样。例如,应从不同的区域选择取样部位,其中至少包括一处几何中心和两条对角线的端部。

6 取样的结论与建议

在有效的电子电气产品某些物质分析中,取样的策略与过程是非常关键的准备步骤。分析结果的质量以及(特别是)分析样品的代表性直接受到取样方法的影响。取样策略的选择取决于待测定的物质、物质的允许限量、限制的应用基础以及可能的应用例外情况。其他重要因素包括电子电气产品的复杂结构、产品中的小型元器件、不同的材料含量、批次间的差异、供应链的深度以及分析检测方法。关于这些因素的详细论述见第 4 章,得出的结论如下:取样策略的选择取决于分析目标。

取样的通用型迭代过程如图 1 所示。鉴于其迭代性质,没有单一的通用方法。进行取样的实体应确定满足分析目标所需拆解与拆分的迭代层级的类型与数量。每次迭代之后,都将对这些目标的完成程度进行评估。第 5 章、附录 A 和附录 E 所述的多个示例(见 IEC 62321-3-1)表明,适当的取样策略与合理的分析方法可以极大地减少所需的工作量。

本部分表明,电子电气产品中某些物质的分析取样通常比较复杂,甚至对于复杂的小型零部件和元器件的拆分都无法评估。困难源于“均质材料”层面的物质限制,因此这一层面的物质限制成为取样的关键要素。在对整体成分不一致、但又无法进行机械拆分的样品(例如图 2 所示的电阻器)进行评估时会存在很大的问题。这种情况表明均质材料的定义存在缺陷。如果无法进行进一步的机械拆分,则单独进行分析检测无法确定样品是否符合均质材料层面的某些物质含量要求。

通常无法拆分并检测产品或元器件中的所有均质材料。即使在物理上可行,但是时间、资源以及可用材料的数量等限制可能不足以进行有意义的分析。为了缓解这一困难,取样策略应谨慎地利用材料声明中的信息以及某些物质在特殊材料类型中存在的可能性方面的知识(见表 B.1)。5.7 强调了了解合理检测策略应用限制的(例如混合材料的检测)重要性,以便能够做出有效的决策。而且,这些策略还应与分析目标保持一致。

7 机械样品制备

7.1 概述

7.1.1 应用领域

本部分提供了关于处理样品选定文件的策略。在分析某些物质前的常规方法是减小电子电气产品及其组成单元或零部件机械尺寸。

注:特殊分析方法的样品处理与制备见 GB/T 39560 的其他部分。

用户应选择应用一种或多种方法、或等效方法来制备适用于分析的样品。根据所用检测方法对颗

粒尺寸的要求来选择合适的制备方法。只要能够保证样品颗粒尺寸符合要求且样品不会受到某些物质的污染或影响,也可以选择其他的机械样品制备方法。

7.1.2 质量保证

由于污染、挥发性组分的蒸发(例如热量引起的蒸发)或通过烟尘排放导致材料损失而产生分析偏差风险,因此选择适当的设备和清洗程序非常重要。

研磨设备以及接触待测样品的任何部件都有可能引起污染。对于选定的设备,应了解可能释放哪些元素,从而污染待测样品,例如碳化钨(WC)设备可能释放钴(Co)和钨(W),而不锈钢设备则可能释放铬(Cr)、镍(Ni)、钼(Mo)和钒(V)。

实验室应通过试验证明:机械过程没有引起可检测量的某些物质产生的污染或某些物质的自身损失。同样,清洗机械样品制备设备采用的程序可以防止前一个样品中的某些物质对后一个样品产生污染。例如,在处理已知含有大量某些物质的材料前后,可能需要处理并分析有证标准物质和空白。不强制要求使用有证标准物质,但所使用材料应确定含有已知含量的某些物质,以确定机械样品制备过程和清洗过程不会引起某些物质的污染或损失。应采取质量控制措施(其中包括基质加标或标准样品)持续监测机械样品制备方法的有效性。

7.2 装置、设备和材料

根据正在制备的材料类型,需要以下装置、设备和材料:

- a) 配备有 4 mm 和 1 mm 不锈钢底筛或类似不锈钢底筛的粗磨机或切磨机。
- b) 配备有 250 μm 碳化钨涂层(WC)钢制筛和 6 层 WC 涂层转子的离心式研磨机(对于均匀的塑料,适用于 1 mm 的钢制筛)。为了避免在研磨过程中引入杂质,应使用 1 mm 的钛制筛和钢制筛/钛制筛转子。
- c) “冷冻箱”无叶片低温冲击研磨机,而且应配备随机的液氮桶、绝缘外壳、速度控制装置、可编程定时器以及安全联锁装置。
- d) 均质化混合器(如搅拌机)。
- e) 称量精确度可以达到 0.000 1 g 的分析天平。
- f) (大小不同的)刷子。
- g) 纸张。
- h) 剪刀、重型剪板机。
- i) 玻璃烧杯。
- j) 液氮(LN₂)。
液氮极易挥发,而且可能引起使用区域缺氧,特别是封闭区域。实验室负责确保遵守适当的安全规程以及在低温研磨期间使用防护装备。
- k) 填料斗。
- l) 手套。
- m) 护目镜。
- n) 聚乙烯容器(用于液氮)。

7.3 程序

7.3.1 手工剪切

手工剪切适用于样品的粗切和制备,以便通过研磨等进一步减小样品。建议的最大样品尺寸如下所示,但是仍将取决于后续制备过程所使用设备的规范:

- a) 电子件:使用厚板剪板机将样品预切至 40 mm×40 mm 的尺寸[见 7.2 h)];
- b) 金属板:使用厚板剪板机将样品预切至 40 mm×40 mm 的尺寸[见 7.2 h)];
- c) 聚合物:使用厚板剪板机或剪刀将样品预切至 5 mm×5 mm 的尺寸[见 7.2 h)];应使用剪刀将聚合物薄片剪成小块[见 7.2 h)]。

7.3.2 粗磨/磨粉

粗磨适用于将样品直径减小至约 1 mm。如有需要,则使用液氮[7.2 j)]冷却样品。对于有机样品,宜使用低温研磨。低温制备的一个示例是将样品放入聚乙烯容器[7.2 n)],使用液氮[7.2 j)]进行冷却。保持等待,直到液氮[7.2 j)]全部消失,之后继续等待 10 min。用装有 4 mm 的不锈钢底筛的研磨机中研磨样品。研磨期间,保持样品温度低于-20 ℃。仔细清扫并收集所有颗粒。将准备好的 1 mm 不锈钢底筛装到研磨机[7.2 c)]上,再研磨通过 4 mm 筛的物料。仔细清扫研磨机[7.2 c)]并收集所有颗粒。在两次研磨循环期间进行 5 min 的冷却。

注:可能只能将金属材料磨成 4 mm 的颗粒(虽然首选的颗粒尺寸为 1 mm)。

7.3.3 均质化

均质化适用于在离心式磨机[7.2 b)]中进一步减小尺寸之前于混合器中制备粗磨样品。使用容器的容量应为拟混合粉末体积的两倍。为混合器[7.2 d)]设置适当的转速并混合粉末,直到均质。

7.3.4 细磨/磨粉

细磨或磨粉适用于将样品直径减小至 1 mm 以下。

对于不含金属零部件的有机样品,宜使用低温研磨机[7.2 c)]。注意:请勿使液氮[7.2 j)]与粉末直接接触,以防止飞溅和样品损失,例如通过使用聚乙烯容器[7.2 n)]。

利用离心式磨机[7.2 b)]研磨样品粉末。仔细清扫离心式磨机[7.2 b)]并收集所有粉末。应对收集的物料进行筛选,以得到已知颗粒尺寸范围的充分均匀的样品。

7.3.5 聚合物和有机物料的极细研磨

本程序适用于将样品直径减少至 500 μm 甚至更小。但是不适用于金属物料、玻璃或者类似的硬质物料和尖锐物料。

将 3 g~10 g 的粗切(3 mm~5 mm 的部分)置于样品瓶中,使其体积达到瓶子体积的 2/3~3/4。添加研磨棒并固定样品瓶的两端。通过在储备器中注入液氮[7.2 j)],非刀片低温冲压研磨器[7.2 c)],在室温下冷却 15 min。将内装样品的研磨瓶放入研磨机[7.2 c)],锁定盖板。为了确保得到充分均质的样品,可增加一个或多个筛子。

附 录 A
(资料性附录)
取样与拆分的过程示例

本附录提供了取样与拆分的详细通用过程(图 A.1,另请参见图 1)以及多个工作示例:

- DVD 播放器的取样(图 A.2);
- CRT 的取样(图 A.3);
- 液晶电视的取样(图 A.4);
- PDA/手机的取样(图 A.5);
- 台扇的取样(图 A.6);
- 元器件(厚膜电阻器)的取样(图 A.7);
- 元器件(SMD 电位计)的取样(图 A.8)。

应结合流程图考虑以下几点:

- a) 出于下列多种原因,可以进行分析:
 - 特定材料或位置的分析(例如进行内部审核的制造商、对极有可能含有某些物质的电子电气产品领域进行检查的经销商、旨在获取特殊情报的执法机构);
 - 作为进货检验组成文件的筛选;
 - 对整个产品进行全面审查的初始阶段。
- b) 关于含有某些物质的概率,见表 B.1。
- c) 特定应用中某些物质的应用例外情况仅在特殊区域立法条件下适用。

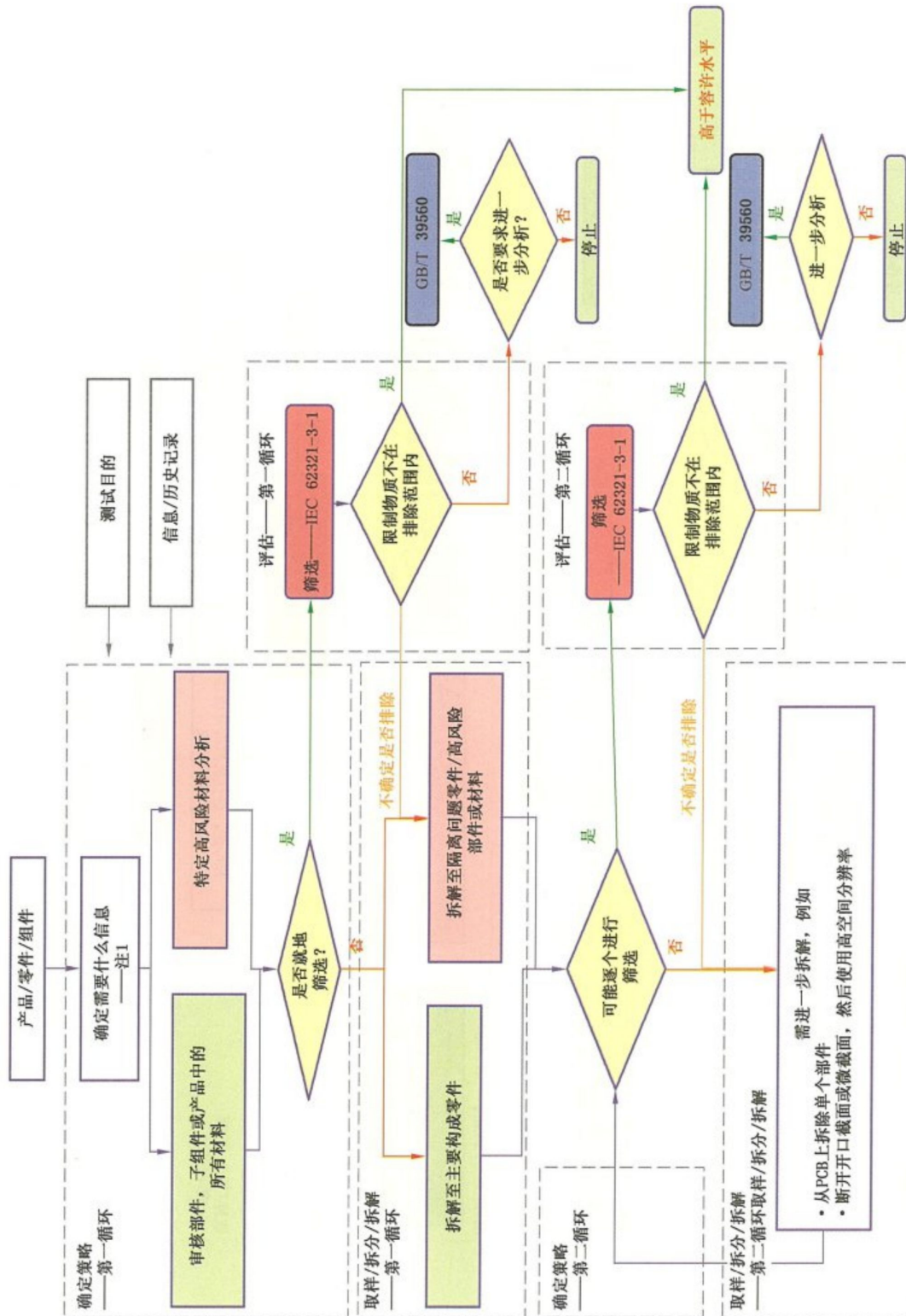


图 A.1 取样与拆分的方法流程

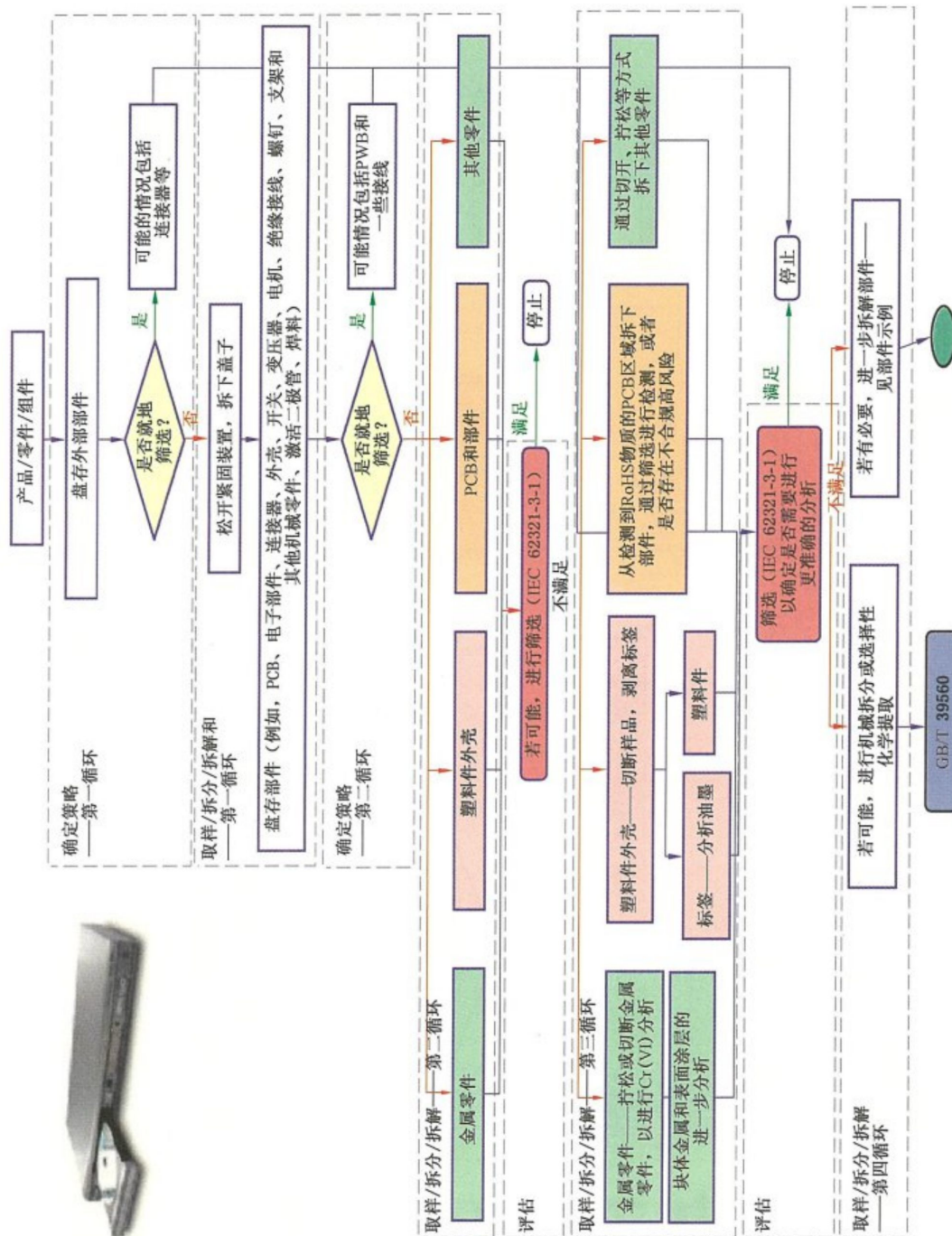


图 A.2 DVD 播放器的取样

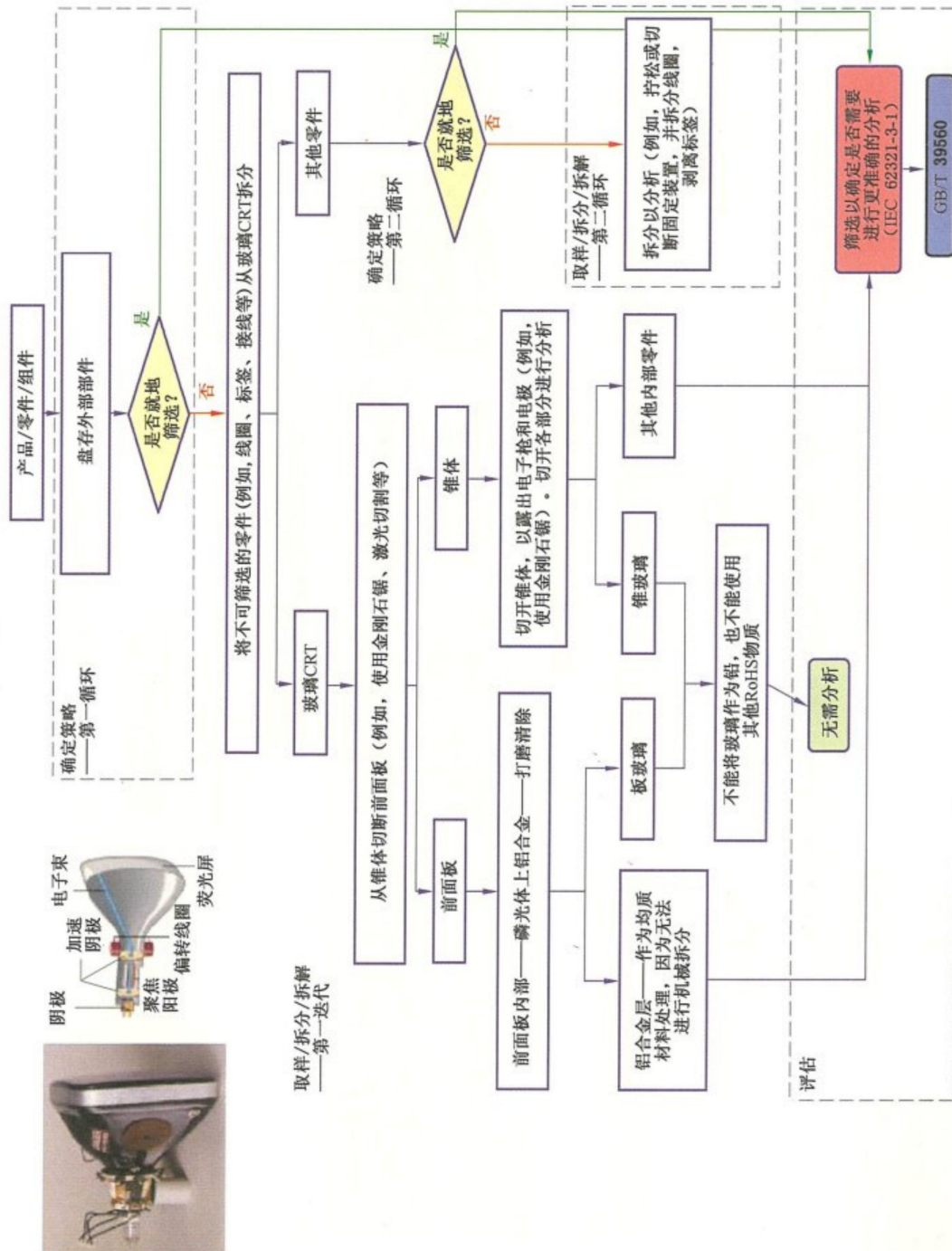


图 A.3 CRT 的取样

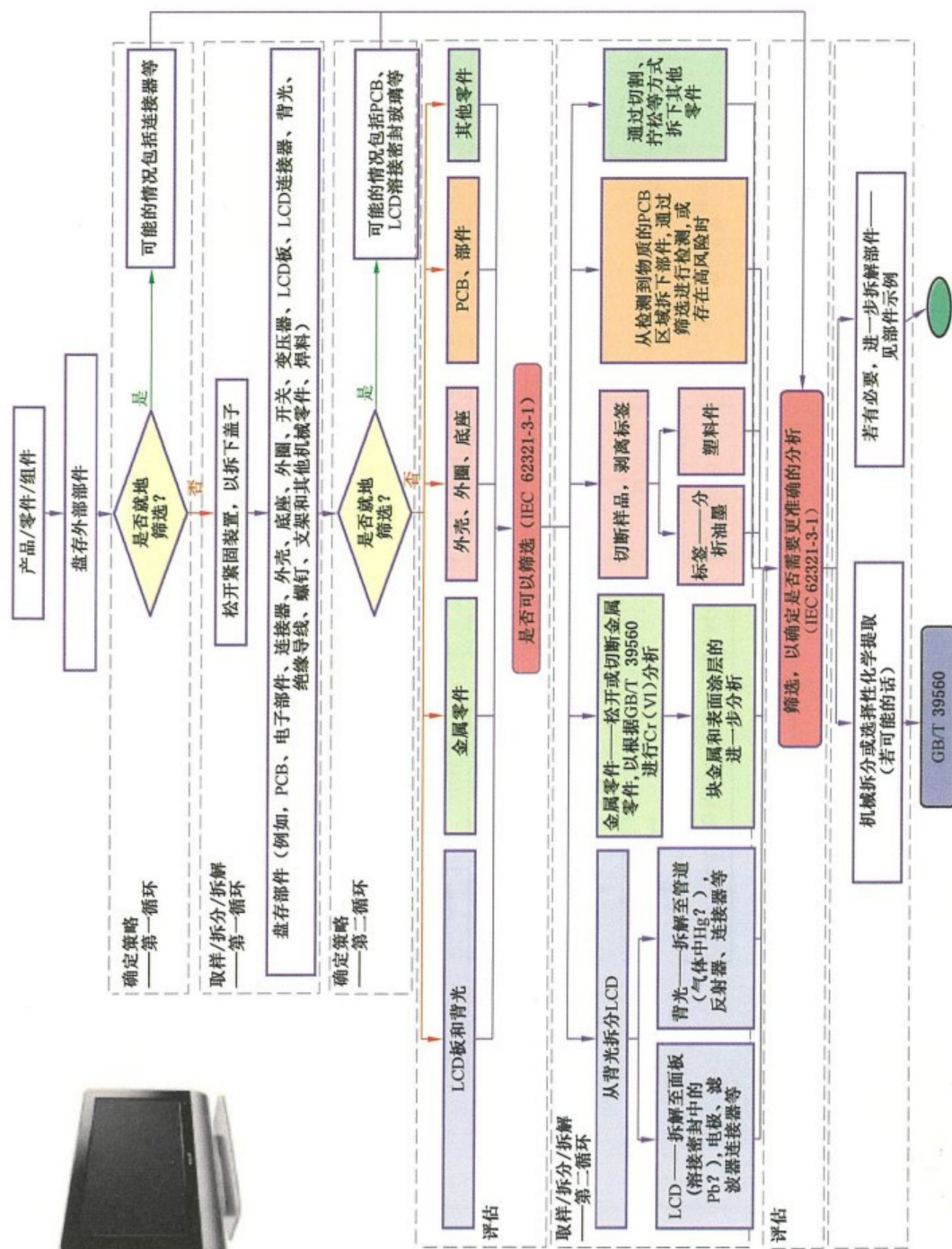


图 A.4 液晶电视的取样

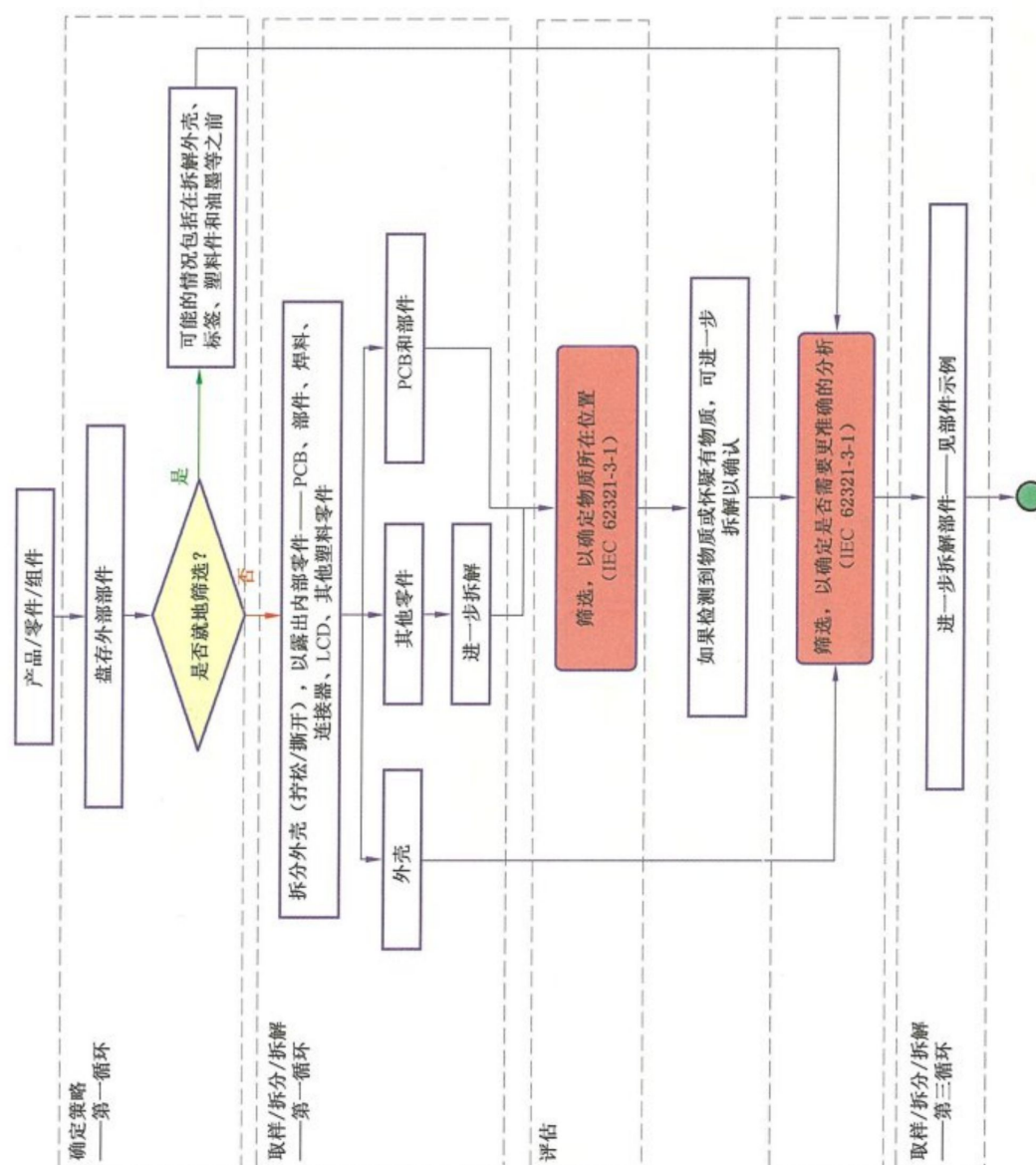
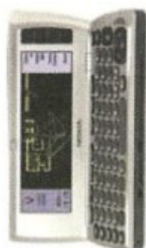


图 A.5 PDA/手机的取样



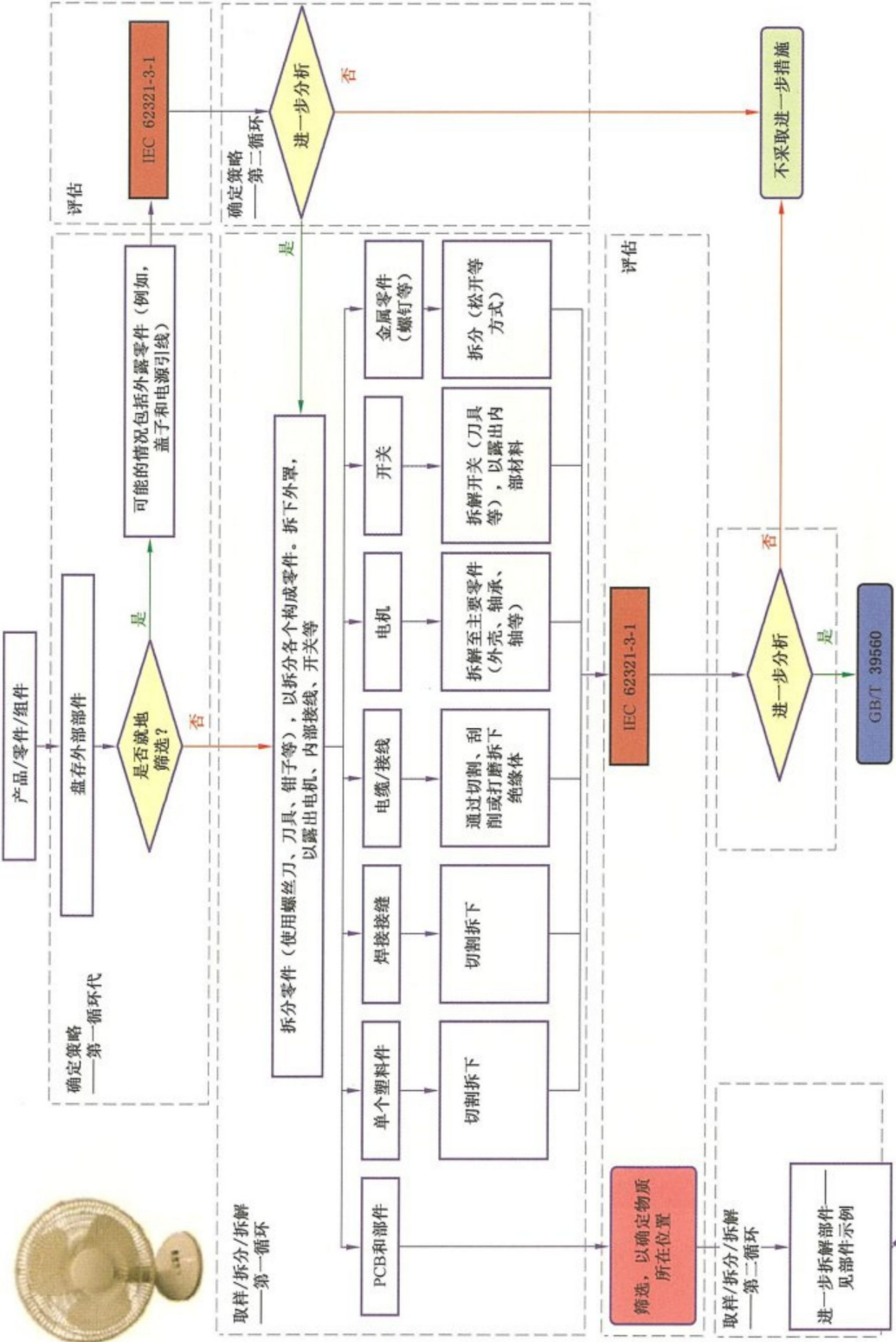


图 A.6 台扇的取样

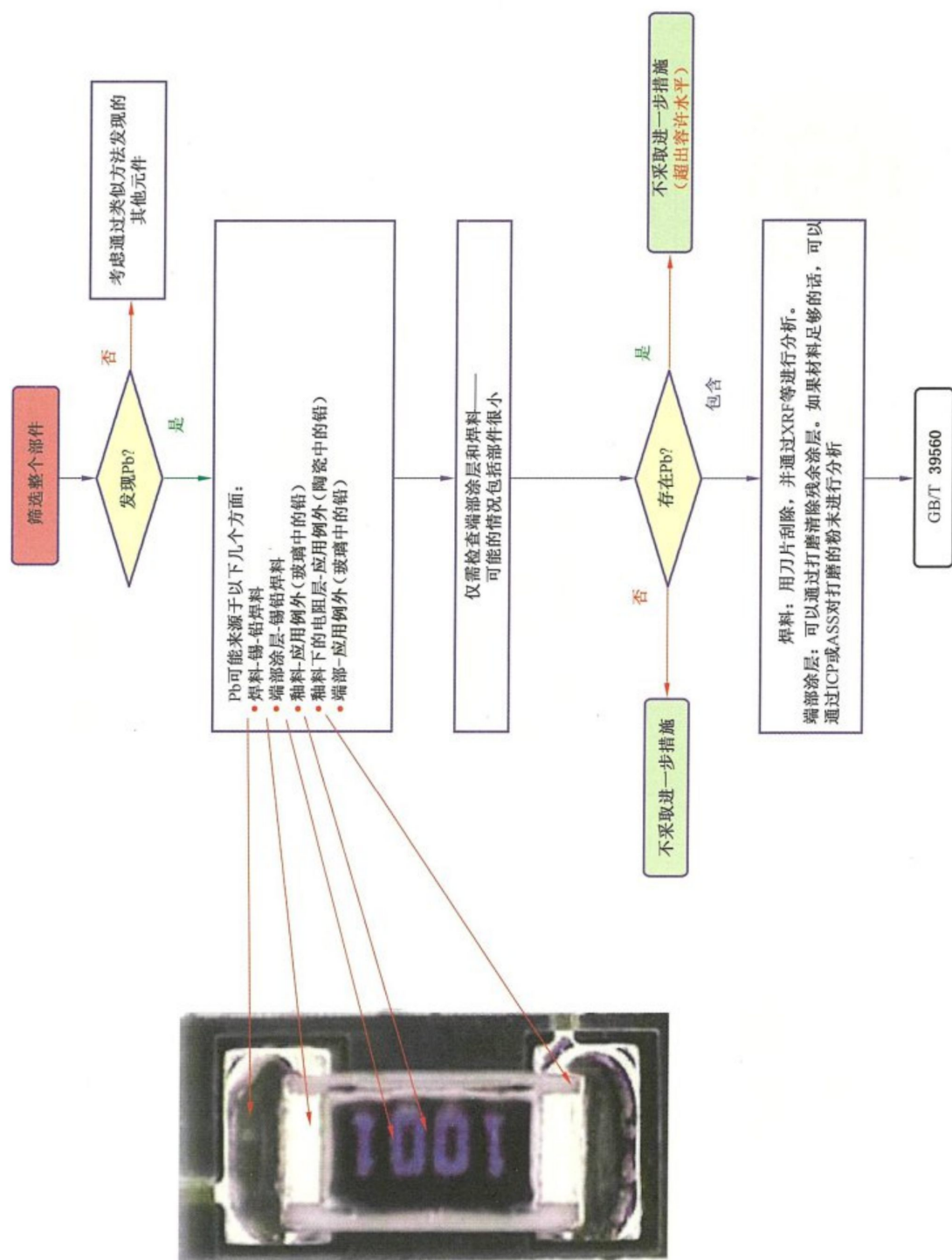


图 A.7 元件(厚膜电阻器)的取样

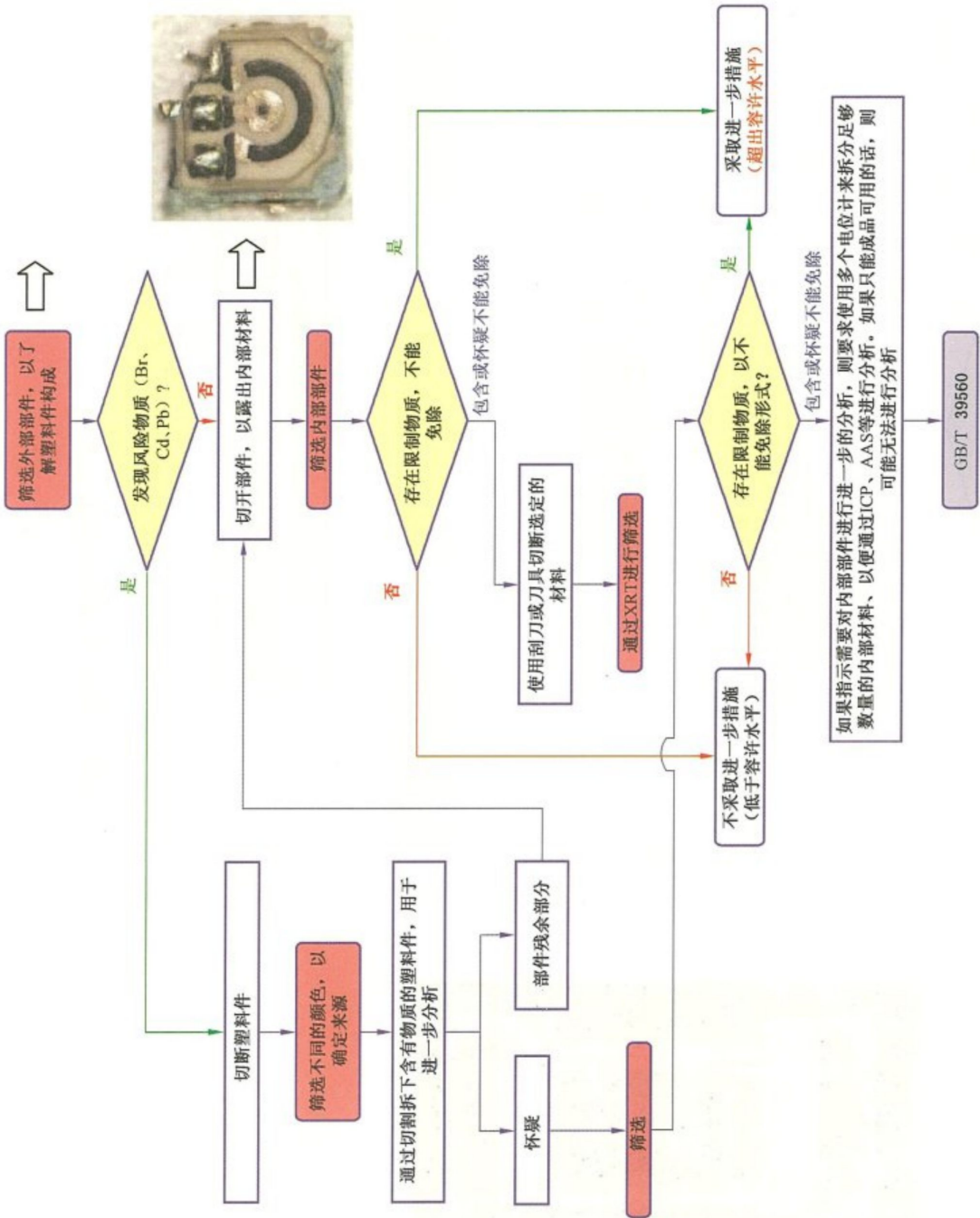


图 A.8 元器件 (SMD 电位计) 的取样

附 录 B
(资料性附录)
含有某些物质的概率

许多电子电气产品含有大量不同类型的材料和物质。因此,了解电子电气产品的元器件和材料是否含有某些物质对于符合性验证非常有利,因为这样可以优化附录 A 中的取样与分析流程。了解以下内容可以为正确的取样与检测方法提供指导:

- 物质在材料组中的功能;
- 基质材料所含物质的化学兼容性;
- 在物质/材料的加工/制造过程中发生的化学转化;
- 其他考虑因素。

通过了解某些特定材料或零部件不存在限用物质的知识,可提升测试评估效率,例如金属部件中不含 PBB/PBDE 阻燃剂。一般而言,含有某些物质可能性高的材料和部件需要更加频繁和深入的分析测试。

表 B.1 概述了电子电气产品中的典型材料和元器件、以及这些材料和元器件存在六种某些物质的概率。而且还提供了取样相关区域的初步指导。由于技术创新和产品创新,不断推出新型材料,因此表 B.1 并非详尽无遗。

表 B.1 电子电气产品使用的材料和元器件中含有某些物质的概率

部件和材料	某些物质 ^a						均质材料的数量 ^b	备注
	Hg	Cd	Pb	Cr(VI)	PBBs	PBDEs		
机械零部件								
金属框架							1	未涂层
塑料外壳	L	L	L	L	L	M	1	
电源线/电缆	L	H	H	L	L	M	>1	
厚膜传感器	L	H	M	L	L	M	>1	
散热片	L	L	L	L	N/A	N/A	1	
金属的螺钉、垫圈、紧固件	L	M	M	H	N/A	N/A	1 以及 >1	对其中一些进行涂层,例如黑色和黄色的铬酸盐
玻璃——CRT、灯泡玻璃到金属密封	L	M	H	L	N/A	N/A	>1	玻璃中的铅可适用于应用例外
磷光性涂层(例如 CRT)	L	H	L	L	N/A	N/A	>1	
LCD 面板/屏幕	H	L	H	H	L	L	>1	

表 B.1 (续)

部件和材料	某些物质 ^a						均质材料的数量 ^b	备注
	Hg	Cd	Pb	Cr(VI)	PBBs	PBDEs		
印制线路板(PWB)								
等离子体面板/屏幕	H	L	H	H	L	L	>1	玻璃中的铅可适用于应用例外
灯泡、背景光	H	L	H	M	N/A	N/A	>1	背景光源使用的汞可适用于应用例外
磁头	L	L	H	M	N/A	N/A	>1	
印制线路板(PWB)								
PWB 基片/薄片	L	L	L	L	L	N/A	>1	
连接器	M	L	H	L	L	H	>1	
电解电容	L	M	H	L	L	M	>1	
芯片电容	L	M	M	L	L	M	>1	
IMT 电阻	L	M	H	L	L	L	>1	
芯片电阻	L	H	M	L	L	L	>1	
二极管	L	M	M	L	L	L	>1	
保险丝	L	M	H	L	L	L	>1	
焊料(工艺和手工焊接)	L	M	H	L	N/A	N/A	1	
胶黏剂(红色和白色)	L	L	M	L	M	M	1	被用于固定部件
零件终端涂层	L	H	H	L	N/A	N/A	1 以及 >1	
部件模具	L	L	L	L	L	H	1 以及 >1	
集成电路(IC)和 BGA	L	L	H	L	L	L	>1	
滴汞继电器	H	L	M	L	L	L	>1	
电磁继电器	L	H	M	L	L	L	>1	
滴汞开关	H	L	M	L	L	L	>1	
机械开关	M	H	M	L	L	L	>1	
恒温控制器	H	M	M	L	L	L	>1	
火焰传感器	H	M	M	L	L	L	>1	
热成像半导体	H	M	M	L	L	L	>1	
变压器(LOT)	L	M	H	L	L	M	>1	
配件								
远程控制装置	L	H	H	L	L	L	>1	
外部电缆(如 SCART、USB、系带)	L	H	H	L	L	L	>1	
外部电源	L	H	H	L	L	M	>1	

表 B.1 (续)

部件和材料	某些物质 ^a						均质材料的数量 ^b	备注
	Hg	Cd	Pb	Cr(VI)	PBBs	PBDEs		
材料								
涂料、墨水和类似涂层	L	H	H	M	L	L	1	
胶黏剂			M		L	M	1	
高光泽聚氨酯	H	M	M	L	L	M	>1	
聚氯乙烯(PVC)	L	H	H	M	L	M	1	
苯乙烯、聚苯乙烯(PS-HI)、ABS(丙烯腈)、聚乙烯(PE)、聚酯	L	M	M	L	L	H	1	
橡胶	L	M	M	L	L	M	1	
其他塑料	L	M	M	L	L	M	1	
色素(所有塑料)红色、橙色、黄色、粉色、绿色	M	H	H	H	N/A	N/A	1	
金属	L	M	H	H	N/A	N/A	1 以及 >1	
其他钢制品	L	L	L	H	N/A	N/A	1	
未加工钢材	L	L	H	L	N/A	N/A	1	
铜合金	L	H	H	L	N/A	N/A	1	金属中的铅可适用于应用例外
铝合金	L	L	H	L	N/A	N/A	1	金属中的铅可适用于应用例外
金属铬电镀	L	L	L	L	N/A	N/A	>1	
镀锌层	L	H	H	H	N/A	N/A	>1	
其他金属镀层	L	H	L	H	N/A	N/A	>1	
其他玻璃	L	M	H	M	N/A	N/A	U	玻璃中的铅可适用于应用例外
陶瓷	L	M	H	L	N/A	N/A	U	陶瓷中的铅可适用于应用例外
<p>注：本表仅作为指导，可帮助选择极有可能含有某些物质的元器件/材料便于检测。并非本表列出的每个零部件都需要检测，而且并不是为了检测每种“大”概率物质(的零部件)。关于取样策略的更换指导，见 4.3 (即表 2)。更为重要的是，在开始检测之前确定任何适用的应用例外情况，以确保准确说明分析结果，并避免任何不必要的后续检测。</p>								
<p>^a L 小概率——之前没有使用某些物质。 M 中等概率——之前使用某些物质，但是现在使用替代物质。 H 大概率——之前使用某些物质，而且这些物质没有已知的替代物质或者替代物质不常用。 N/A 不适用。</p>								
<p>^b 1 一种均质材料。 >1 两种或多种均质材料。 U 未知。</p>								

附 录 C
(资料性附录)
混合检测与取样

C.1 介绍

如 5.7.3 所述,可将多种不同零部件和/或材料层组成的产品的混合检测作为有效的筛选方法。在特定情况下,这种方法可以更加有效地利用样品,且通过避免不必要的检测以节约成本。可以采用两种方法:

- a) 根据所使用方法的检出限计算最大的样品浓度;
- b) 计算符合要求的检出限,以确保物质低于样品中的特定浓度。

首先是评估可能存在目标物的总量,但可能无法检测到这种目标物,由于该目标物由于混合而被稀释到检出限以下。

C.2 根据检出限计算混合样品的最大浓度

第一个示例以下列假设为基础:

- 元器件/零部件含有四种不同的均质材料(总重为 18 mg);
- 只有混合材料中含量最少的材料(材料 A)才含有某些物质、铅(Pb)和镉(Cd);
- 针对混合样品的化学分析方法的检出限为 20 mg/kg;
- 对于化学分析,首先将元器件/零部件研磨成粉末(均质样品)。

“未检出”的结果是指:取自元器件的混合样品可能含有高达 20 mg/kg 的铅和镉。根据最坏的情况(铅和镉的含量均为 20 mg/kg),计算铅和镉的最大污染或误差(见表 C.1)。对于混合样品中铅和镉的最大含量 20 mg/kg,均质材料 A 中铅和镉的含量可能高达 360 mg/kg。对于铅而言,这一含量低于 1 000 mg/kg 的允许限量。但是对于镉而言,这一含量可能超出了 100 mg/kg 的允许限量。

该混合样品的结论如下:镉需要进一步的分析,以确定其是否满足要求。

注:混合检测仪是一种筛选方法。

表 C.1 根据检出限计算得出的混合样品的最大浓度

材料	质量 mg	占混合样品的总重 百分比 %	铅的最大含量(适用于 20 mg/kg 的检出限) mg/kg	镉的最大含量(适用于 20 mg/kg 的检出限) mg/kg
A	1	6	360	360
B	4	22	0	0
C	5	28	0	0
D	8	44	0	0
总计(混合样品)	18	100	—	—
平均含量(混合样品)	—	—	20	20

在第二种方法中,计算所需的检出限,以确保特殊物质的含量不会大于特定含量。

当混合样品的物质可检测时,可以计算材料 A 中某些物质的浓度,见式(C.1):

$$C_A = \frac{MDL \times m_c}{m_A} \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

C_A ——表示材料 A 中含有某些物质的浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

MDL ——表示针对混合样品的化学分析方法的检出限,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_c ——表示混合样品的质量,单位为毫克(mg);

m_A ——表示材料 A 的质量,单位为毫克(mg)。

C.3 基于最大许用浓度的混合样品的所需检出限

第二个示例(见表 C.2)基于以下假设:

——在 C.2 所述示例中使用的相同混合样品的污染如下:铅为(Pb)1 000 mg/kg;镉为 100 mg/kg (Cd)。

使用化学分析验证铅和镉的含量时,方法的检出限需达到:铅的检出限为 50 mg/kg,镉的检出限为 5 mg/kg,如表 C.2 所示。

表 C.2 基于最大选用浓度的混合样品的所需检出限

材料	质量 mg	占混合样品的总重百分比 %	铅含量 mg/kg	镉含量 mg/kg
A	1	6	1 000	100
B	4	22	0	0
C	5	28	0	0
D	8	44	0	0
总计(混合样品)	18	100	—	—
平均含量(混合样品)	—	—	56	5.6
所需的检出限(mg/kg)	—	—	56	5.6

可以计算混合样品的所需检出限,见式(C.2):

$$MDL = \frac{C_L \times m_A}{m_c} \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

MDL ——表示混合样品的所需检出限,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_L ——表示材料 A 中含有某些物质的最大容许浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_A ——表示材料 A 的质量,单位为毫克(mg);

m_c ——表示混合样品的质量,单位为毫克(mg)。

此外,需要注意:分析方法的检出限和某些物质的浓度都有误差范围,某些物质的存在可在“均质材料”范围之内变化(见 IEC 62321-3-1 和 IEC 62321-3-2)。因此,在适应这一概念时宜引入安全边界。

附录 D
(资料性附录)
取样使用的工具

通过拆解和拆分进行取样的常用工具如下所示：

- 烙铁；
- (电动)螺丝刀；
- 电缆剥线钳；
- 小刀/手术刀；
- 大剪刀；
- 扳手(开口扳/套头扳)；
- 锤子；
- 电钻；
- 焊丝,即可以吸收软焊料的焊丝；
- 内六角扳手；
- 端切钳；
- 老虎钳；
- 手锯；
- 镊子；
- 塑料袋。

热气枪(图 D.1)和真空销(图 D.2)的使用如下所示。

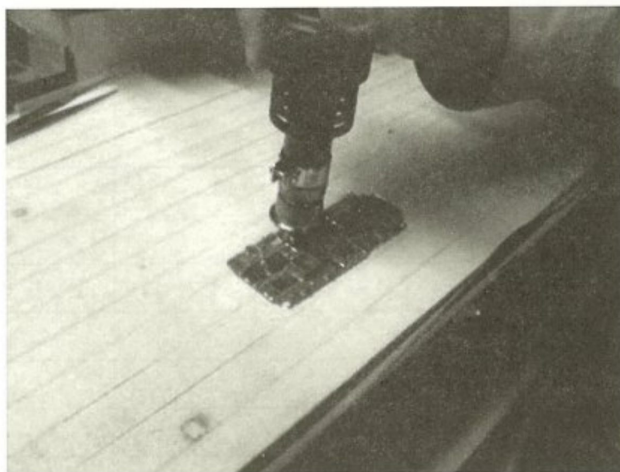


图 D.1 用于移除电子元器件的热气枪

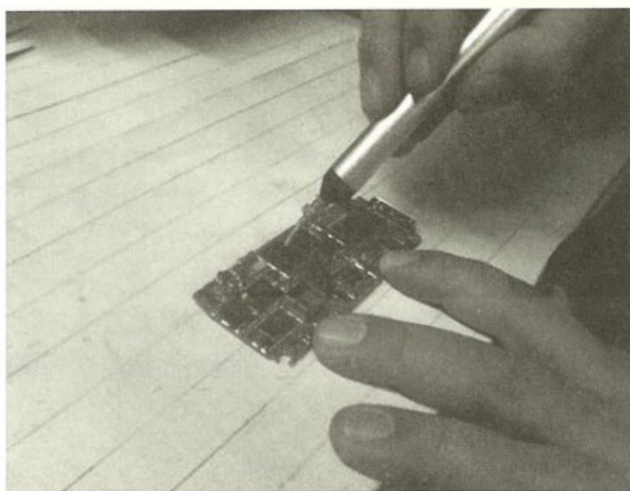


图 D.2 旨在移除目标电子器件的真空销

附录 E (资料性附录)

手机拆解与元器件拆分的示例

E.1 总述

手机是一种紧凑而复杂的产品,并且含有大量的小型部件。因此,关于如何针对其他电子电气产品制定取样策略,手机提供了良好的示例。

本附录提供的示例如下所示:

- 无需使用工具的部分拆解——A 型手机;
- 使用简单工具的部分拆解——B 型手机;
- 完全拆解——B 型手机;
- 部分拆分——B 型手机;
- 完全拆分——小型电子元器件的拆分示例;
- 集成电路铅制框架封装的完全拆分;
- 球栅阵列(BGA)封装的完全拆分。

E.2 无需使用工具的部分拆解——A 型手机



图 E.1 带有电池充电器和摄像头盖子的 A 型手机

作为一个完整的产品,这种手机(图 E.1)可以提供有限的分析机会。充电器至少有六个由不同材料组成的独立区域,而且无需拆解即可进行筛选。拆除手机后盖,取出电池。由于后盖外侧进行了金属化,因此对其两侧进行分析(筛选)。这个手机的部分拆解是不使用工具进行拆解的极限,如图 E.2 和表 E.1 所示。

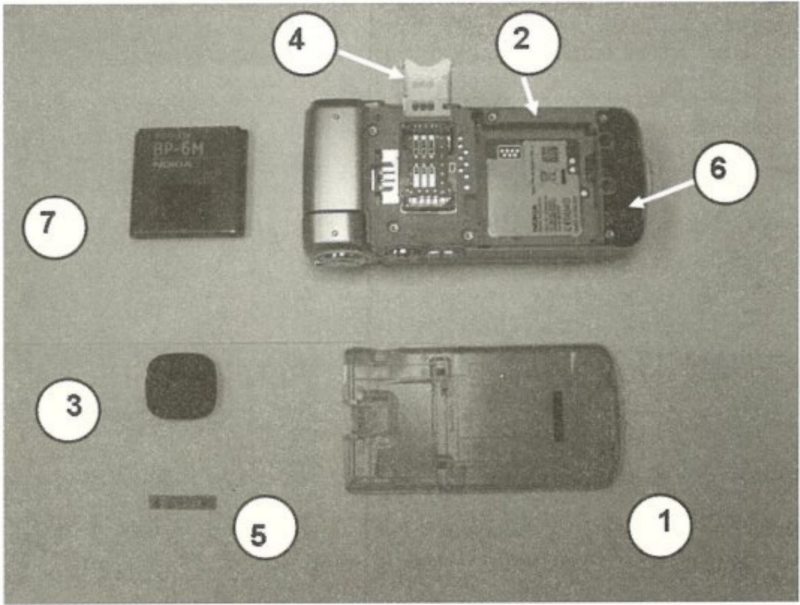


图 E.2 电池和后盖已被拆除的 A 型手机

表 E.1 手机可能含有的某些物质或筛选物质

样品数量	零部件/组件	材料	存在概率 ^a	与某些物质相关的元素 ^b	进一步分析的选项
1	塑料后盖	聚合物	中等	Pb,Br(铅、溴)	见 4.3
2	手机的塑料外壳	聚合物	中等	Pb,Br(铅、溴)	见 4.3
3	摄像头的塑料盖	聚合物	中等	Pb(铅)	见 4.3
4	手机卡的金属夹	聚合物	低	Cr,Cd(铬、镉)	见 4.3
5	通信接口盖	聚合物	中等	Pb,Br(铅、溴)	见 4.3
6	本体内的塑料件	聚合物	中等	Pb,Br(铅、溴)	见 4.3
7	电池	复合物	高?	[Cd, Pb, Hg(镉、铅、汞)]	见 4.3
可以直接筛选在图 E.2 中标记的样品。 5.7 表明了进一步操作的考虑因素。					
^a 存在概率表明了发现所列某些物质的可能性。 ^b Br(溴)的存在可能表明使用某种溴化阻燃剂。					

E.3 使用简单工具的部分拆解——B 型手机

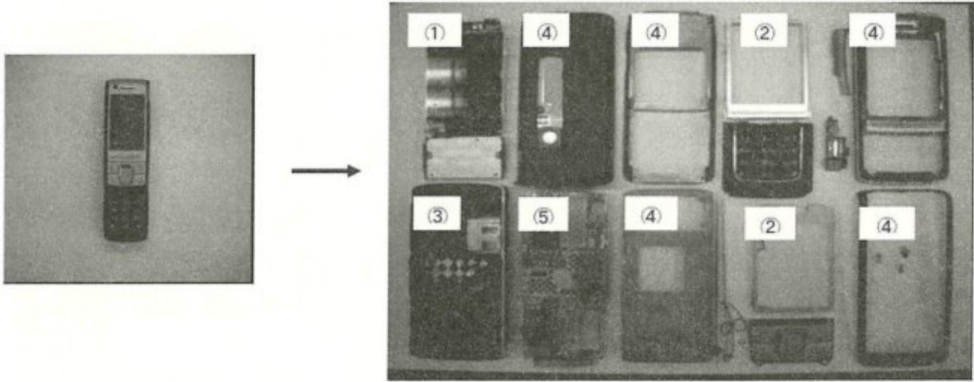


图 E.3 拆成主要部件的(B 型)手机部分拆解

在本示例中,仅使用螺丝刀等简单工具对另一部手机进行部分拆解。请注意:拆解之后,可以轻松装回手机的零部件,手机可以正常使用。

首先应分开主要零部件和组件,如图 E.3 所示。图中所示的手机零部件为 TFT 屏幕、键盘、底壳、主 PWB、外壳/框架等,如表 E.2 所示。

表 E.2 手机主要部件可能含有的某些物质

样品数量	手机零部件/组件	材料	存在概率 ^a	与某些物质相关的元素 ^b	进一步分析的选项
1	TFT 屏幕	聚合物/玻璃/金属	中等	Pb	进一步拆解或拆分之后
2	键盘	聚合物	高	Cd,Hg(镉、汞)	需要进一步拆解
3	底壳	聚合物	高	Cd,Br(镉、溴)	是
4	其他外壳/框架	聚合物	高	Cd,Br(镉、溴)	是
5	主 PWB	各种不同的(玻璃纤维、铜)	高	Pb,Br,Hg(铅、溴、汞)	进一步拆解或拆分之后
^a 存在概率表明了发现所列某些物质的可能性(见表 B.1)。					
^b Br(溴)的存在可能表明使用某种溴化阻燃剂。					

并非此次部分拆解之后分开的所有手机部件均适合直接分析。TFT 屏幕和 PWB 均为含有多种不同材料的复杂结构。无论使用的分析方法如何,此类样品的构造和尺寸使得难以在不进一步拆解/拆分的情况下对材料进行分析。但是,如果分析的第一步是 XRF 筛选,那么在這些复杂总成内部,仍然能够检测到与某些物质相关的元素(见 IEC 62321-3-1)。然后应做出关于确证分析试验需求的决策。样品 3 和样品 4 似乎是均质材料,可首先使用 XRF 进行直接检测。应在本阶段对样品 2——键盘总成进行筛选,以确定是否需要进一步拆解。

E.4 完全拆解——B 型手机

如 E.2 和 E.3 所述,几乎所有手机零部件的构造和成分都不简单,可以进行有意义的直接分析。几

乎所有零部件都需要进一步拆解,甚至需要可以使其丧失功能的拆分。

E.6 对 B 型手机的完全拆解进行了说明。图 E.4~E.6 表明了键盘(图 E.4)、底壳(图 E.5)以及其他外壳/框架材料(图 E.6)的拆解过程。应使用常用工具拆解这些手机零部件(见附录 D),以得到近乎单一的材料,例如塑料或金属。样品选择应基于含有某些物质的概率指南,如表 B.1 所示。

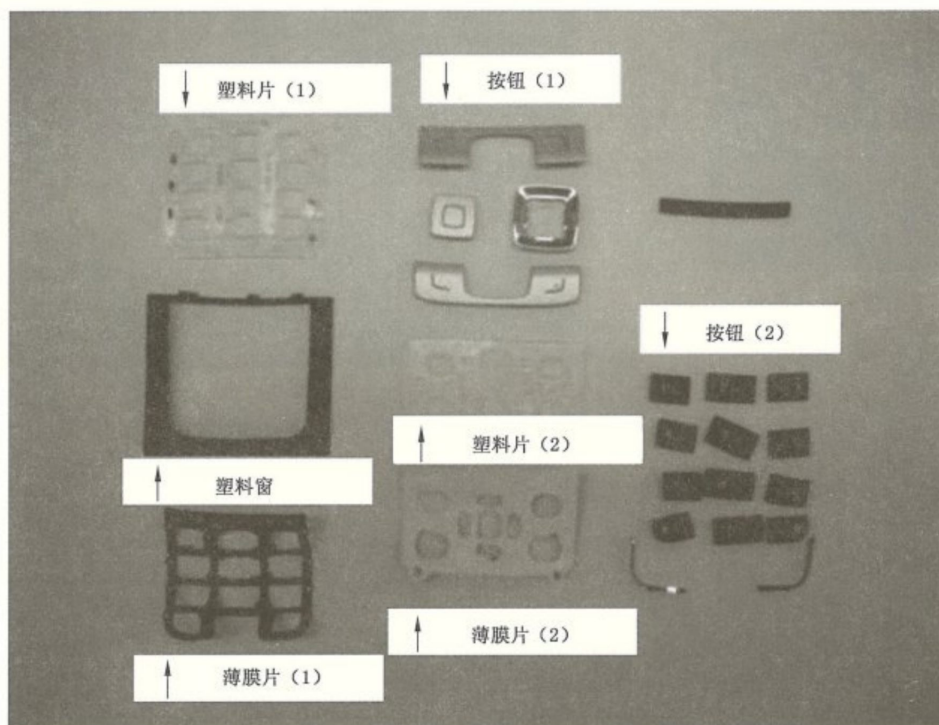


图 E.4 键盘的完全拆解

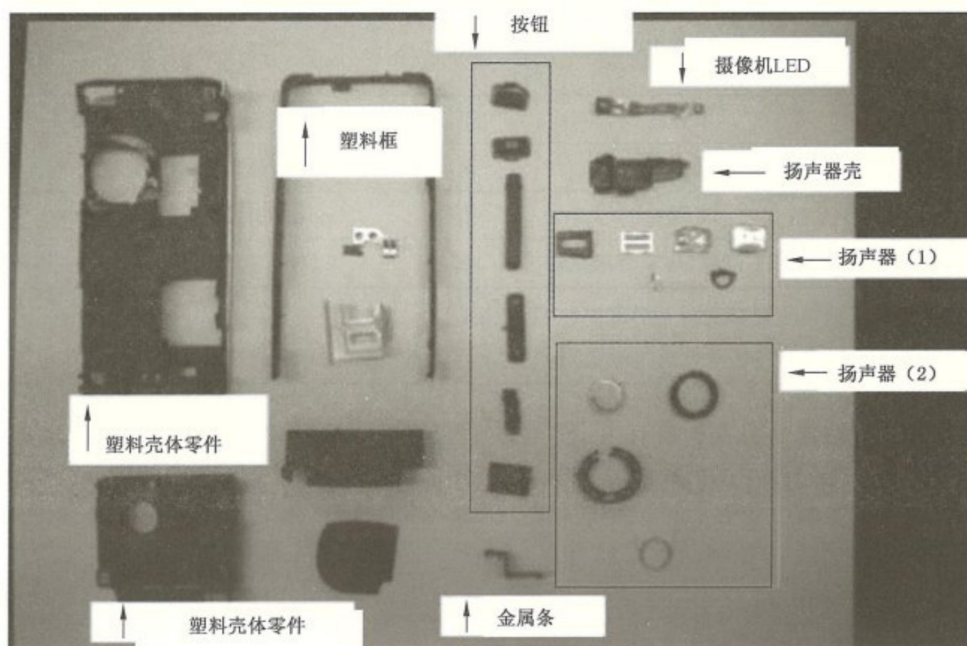


图 E.5 底壳的完全拆解

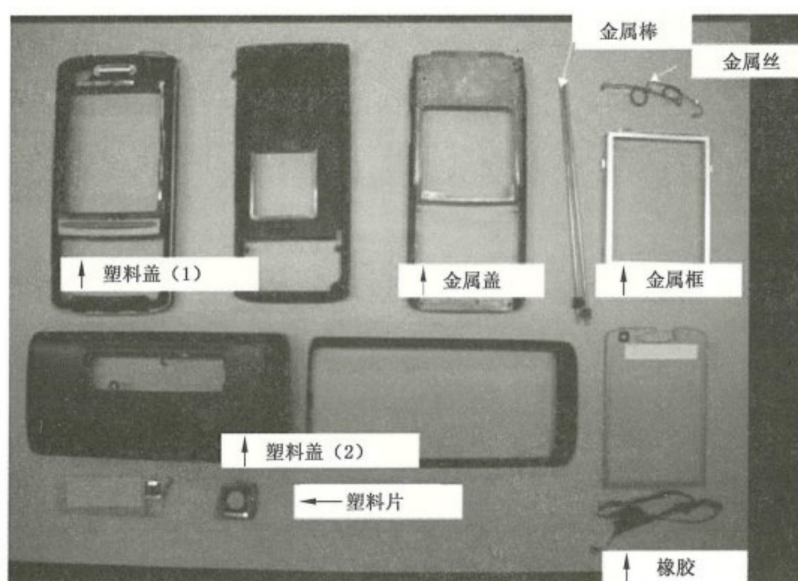


图 E.6 其他外壳/框架的完全拆解

E.5 部分拆分——B 型手机

图 E.7 表明了(之前在 E.3 和 E.4 拆解的)B 型手机 TFT 屏幕的部分拆分。只能以破坏的方式(拆分)实现屏幕某些部件的分开,例如外壳、绝缘层和过滤器。同样,该手机的主线路板的部分拆解产物,如图 E.8 所示。此次拆分所需的工具包括螺丝刀、烙铁和小刀(其他工具见附录 D)。

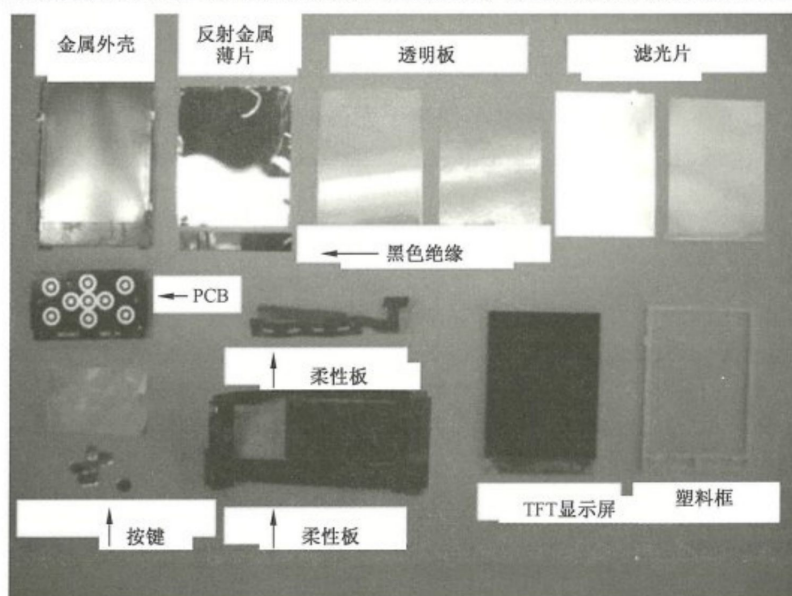


图 E.7 部分拆分之后的手机 TFT 屏幕部件

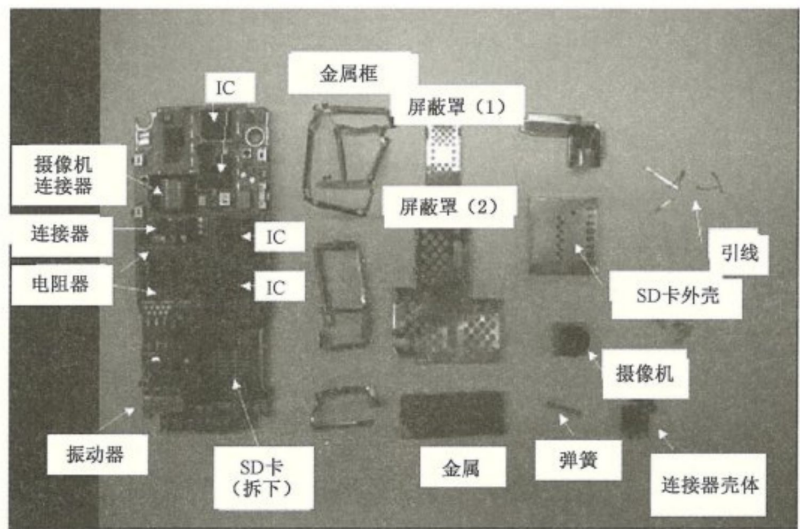


图 E.8 部分拆分之后的手机主线路板部件

E.6 完全拆分——小型电子元器件的拆分示例

表 E.3 所示为电子电气产品使用的标准小型电子元器件的结构示例和材料示例。在从 PWB 拆解之后,应从供应商或其他等效来源获取这些元器件。应使用适当的工具(见附录 D)从元器件抽取材料样品,同时侧重于那些极有可能含有物质的材料(见表 B.1)。

表 E.3 中的示例反映了当前使用的元器件和之前使用的元器件(例如数年之前并没有使用 BGA 集成电路)。很明显,即使是看似简单的元器件(例如通孔电阻器),也可能含有多种不同的材料。即强调了需要针对每个元器件认真规划并制定个体取样策略。

表 E.3 标准小型电子元器件的拆分示例

元器件/组件		结构	取样点	可能危险材料	可能应用 例外零部件	GB/T 39560 检测方法分析的 取样程序	取样考虑因素或限制
电 阻 器	IMD 型		铅	Pb		切割铅	旨在得到足够的样品量;样品制备时间
			外层	Pb、 Cr ⁶⁺		刮擦	旨在得到足够的样品量;样品制备时间
			色环 (墨水)	Pb、 Cr ⁶⁺		无实用的机械拆分方法	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间
			电阻器	Pb	电阻器: 铅(玻璃)	无实用的机械拆分方法	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间

表 E.3 (续)


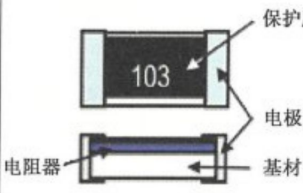

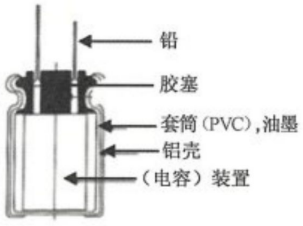

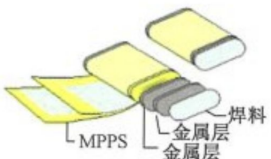

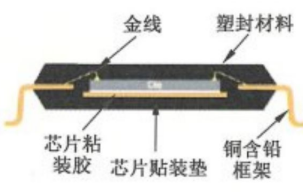

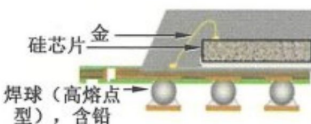
元器件/组件		结构	取样点	可能危险材料	可能应用例外零部件	GB/T 39560检测方法分析的取样程序	取样考虑因素或限制
电阻器	贴片型 	 保护膜 103 电极 电阻器 基材	电极	Pb		无实用的机械拆分方法	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间
			保护膜	Pb	保护膜 铅(玻璃)	无实用的机械拆分方法	旨在得到足够的样品量;样品制备时间
电容器	电解电容 	 铅 胶塞 套筒(PVC),油墨 铝壳 (电容)装置	铅	Pb		切割铅	旨在得到足够的样品量;样品制备时间
			套筒(PVC)	Pb		刮擦	旨在得到足够的样品量;样品制备时间
			墨水	Pb、 Cr^{6+}		无实用的机械拆分方法	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间
	芯片封装型 	 MPPS 金属层 金属层 焊料	焊料	Pb		无实用的机械拆分方法	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间
			墨水	Pb、 Cr^{6+}		无实用的机械拆分方法	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间
IC 夹	含铅框架型 	 金线 塑封材料 芯片粘装胶 芯片贴装垫 铜含铅框架	含铅框架	Pb		切割铅	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间
			墨水	Pb、 Cr^{6+}		无实用的机械拆分方法	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间
	BGA 型 	 硅芯片 金 焊球(高熔点型),含铅	焊球	Pb	焊料:(高熔点型)铅	无实用的机械拆分方法	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间

表 E.3 (续)

元器件/组件		结构	取样点	可能危险材料	可能应用例外零部件	GB/T 39560 检测方法分析的 取样程序	取样考虑因素或限制
模制连接器			外壳	PBB/ PBDE		切割或刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
			紧固钉	Pb		无实用的机械拆分方法	交叉污染、旨在获取足够的样品量、样品制备时间
			触点	Pb		切割或刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
线圈			电极	Pb	磁体: 铅 (陶瓷)	切割或刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
			外层	Pb、 Cr ⁶⁺ 、 Cd		刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
柔性板			表面处理	Pb		刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
继电器			外壳 盖板	Pb、 Cr ⁶⁺ 、 Cd		切割	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
			电枢	Pb		刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
			固定触点 (表面)	Pb		切割或刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
			终端	Pb		切割或刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
			本体	Pb、 Cr ⁶⁺ 、 Cd		刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
			固定触点	Cd		切割或刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间
			移动触点	Cd		切割或刮擦	旨在得到足够的样品量; 样品制备时间

E.7 集成电路铅制框架封装的完全拆分

在本示例中,拆分集成电路铅制框架封装,其中铅(Pb)可能存在于镀锡(Sn)引脚上。

第1步:集成电路铅制框架封装的金属铅拆分

通过切掉延伸至封装其他部分之外的金属零部件,将铅从封装上去除[图 E.9 a)]。在这种情况下,对于 36 个个体封装,铅去除程序需要 2 h,而且可以提供 1.2 g 的金属样品。

如果在铅的切割过程中多加注意,而且没有使样品过于靠近封装本体,则收集的铅样品将不会受到其他材料的污染。为了得到足够的量进行铅制框架分析,需要大量的制备时间和样品。这种分析也许仅适用于某些实验室。图 E.9 b)所示为拆分之后的铅样品。

第2步:封装拆分

图 E.9 c)所示为拆分之后的封装。其中假设以不会引起与其他材料层发生交叉污染的方式完成拆分。

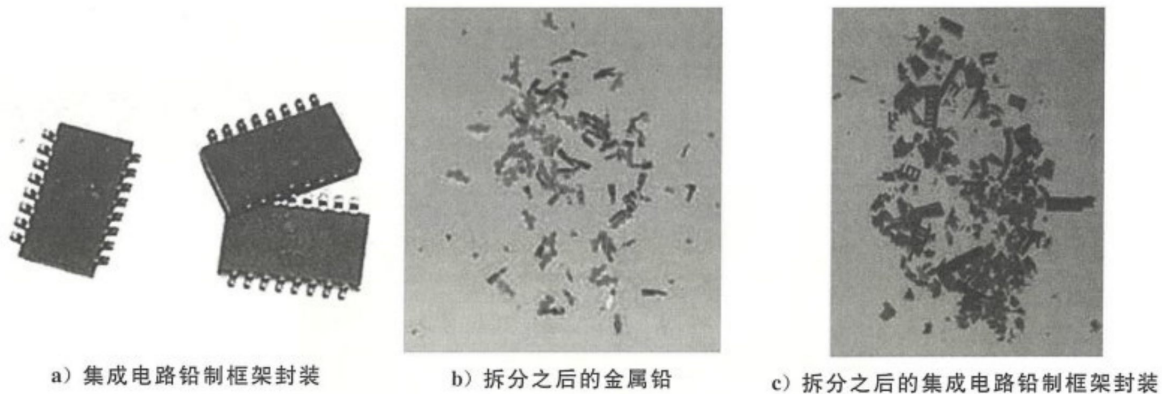


图 E.9 铅制框架元器件的拆分

E.8 球栅阵列(BGA)封装的完全拆分

E.8.1 总述

标准球栅阵列(BGA)封装由多种不同的材料层组成:底层、底部填充、硅片、C4 焊接凸点、焊膏和焊锡球。图 E.10 所示为拆分之前的 BGA 封装示例。

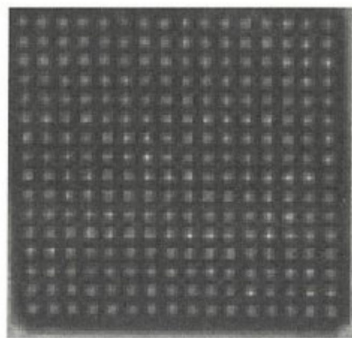


图 E.10 拆分之前的 BGA 封装

E.8.2 去除 BGA 封装的焊锡球——手动去除程序

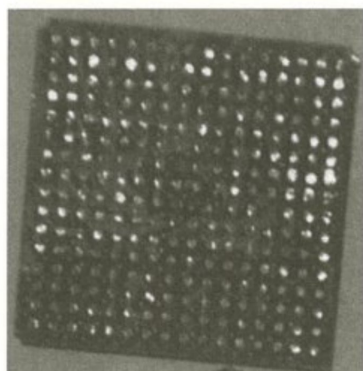


图 E.11 通过手动去除程序拆分的 BGA 封装

通过尖锐器具的手动去除程序,将图 E.10 和图 E.11 所示的焊锡球从 BGA 封装上拆分,以刮去或切掉底层上的焊锡球。虽然已经注意未将任何底层、助焊剂或焊膏与拆分的焊锡球混合,但是使用这种方法的焊锡球收集并不一致。只能切掉一些焊锡球,其他焊锡球只是简单地从封装中“弹出”,而没有被切掉或刮去。如图 E.11 所示,该方式收集到的焊锡球不确保不含有封装材料。

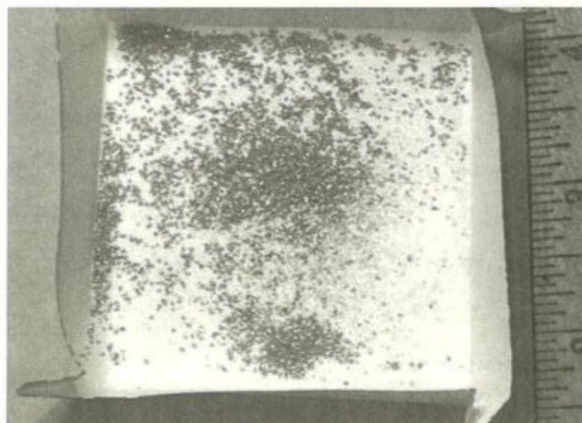


图 E.12 使用手动去除程序从 BGA 收集的焊锡球材料

使用手动去除程序需要 2 h 去除 15 个 BGA 上的焊锡球。收集的焊锡球材料质量仅为 1.5 g,而且还包含一些助焊剂、焊膏和底层材料。因此,为了根据 5.7.1 收集必需的最小样品质量为 4.4 g,将需要 45 个 BGA 和 6 h 的工作。

图 E.12 所示为收集的焊锡球材料。但是,不得将使用这种手动去除程序收集的样品视为“均质”焊锡球材料,因为该样品含有在拆分程序期间收集的其他材料(例如助焊剂、底层碎片)。

E.8.3 从 BAG 封装去除焊锡球——焊锡球剪切程序

由于手动去除程序无法提供均质焊锡球样品,因此需要其他焊锡球去除方法,即 IEC 62137-1-2^[8]的剪切强度检测或焊锡球剪切程序 JEDEC JESD22-B117^[9]。

虽然没有制定去除用于材料分析的焊锡球的 JEDEC 标准,但这是某些公司在各自的质量保证/质量控制(QA/QC)实验室使用的行业程序。

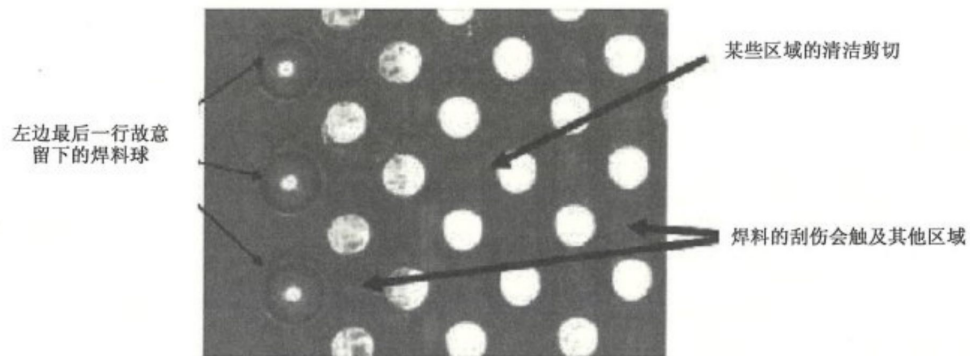


图 E.13 采用球剪切程序的 BGA 焊锡球去除

为了得到足够的样品质量进行分析,需要 45 个 BGA,即在最佳条件下需要 6 h 进行样品制备。

由图 E.13 可知,通过刮擦某些区域的阻焊剂和焊锡球或者提升底层,材料球剪切方法也会产生污染。尽管如此,使用焊锡球剪切程序的污染量远远小于手动去除程序引起的污染量。但是,污染仍然不可避免,产生大量样品所需的时间使这种方法不切实际。

参 考 文 献

- [1] GB/Z 30374—2013 电子电气产品中限用物质评价指南(IEC/TR 62476:2010,IDT)
 - [2] IEC 62554 Sample preparation for measurement of mercury level in fluorescent lamps
 - [3] IEC/PAS 62596:2009 Electrotechnical products—Determination of restricted substances—Sampling procedure—Guidelines
 - [4] IEC 62542 Environmental standardization for electrical and electronic products and systems—Standardization of environmental aspects—Glossary of terms
 - [5] IEC 62321-6 Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 6: Determination of polybrominated biphenyls and polybrominated diphenyl ethers in polymers and electronics by GC-MS, IAMS and HPLC-UV
 - [6] IEC 62321-7-1 Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 7-1: Determination of the presence of hexavalent chromium (Cr(VI)) in colourless and coloured corrosion-protected coatings on metals by the colorimetric method
 - [7] IEC 62321-7-2 Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 7-2: Determination of hexavalent chromium (Cr(VI)) in polymers and electronics by the colorimetric method
 - [8] IEC 62137-1-2 Surface mounting technology—Environmental and endurance test methods for surface mount solder joint—Part 1-2: Shear strength test
 - [9] JEDEC JESD22- B117 Solder ball shear procedure
 - [10] ISO/IEC Guide 99:2007 International vocabulary of metrology—Basic and general concepts and associated terms (VIM)
 - [11] IEC/TS 62239:2008 Process management for avionics—Preparation of an electronic components management plan
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

电子电气产品中某些物质的测定
第2部分:拆解、拆分和机械制样

GB/T 39560.2—2020/IEC 62321-2:2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 3 字数 84 千字
2020年12月第一版 2020年12月第一次印刷

*

书号:155066·1-66519 定价 51.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 39560.2-2020