

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



HORIZONTAL PUBLICATION
PUBLICATION HORIZONTALE

**Determination of certain substances in electrotechnical products –
Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation**

**Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques –
Partie 2: Démontage, défabrication et préparation mécanique de l'échantillon**



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2021 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembé
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigendum or an amendment might have been published.

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform

The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee, ...). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and once a month by email.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: sales@iec.ch.

IEC online collection - oc.iec.ch

Discover our powerful search engine and read freely all the publications previews. With a subscription you will always have access to up to date content tailored to your needs.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary on electrotechnology, containing more than 22 000 terminological entries in English and French, with equivalent terms in 18 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Recherche de publications IEC - webstore.iec.ch/advsearchform

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études, ...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et une fois par mois par email.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: sales@iec.ch.

IEC online collection - oc.iec.ch

Découvrez notre puissant moteur de recherche et consultez gratuitement tous les aperçus des publications. Avec un abonnement, vous aurez toujours accès à un contenu à jour adapté à vos besoins.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire d'électrotechnologie en ligne au monde, avec plus de 22 000 articles terminologiques en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.



IEC 62321-2

Edition 2.0 2021-08

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



HORIZONTAL PUBLICATION
PUBLICATION HORIZONTALE

**Determination of certain substances in electrotechnical products –
Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation**

**Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques –
Partie 2: Démontage, défabrication et préparation mécanique de l'échantillon**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 13.020.01; 43.040.10

ISBN 978-2-8322-9926-5

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

$$-\infty < x_1 < x_2 < x_3 < x_4 < x_5 < x_6 < x_7 < x_8 < x_9 < x_{10} < x_{11} < x_{12} < x_{13} < x_{14} < x_{15} < x_{16} < x_{17} < x_{18} < x_{19} < x_{20} < x_{21} < x_{22} < x_{23} < x_{24} < x_{25} < x_{26} < x_{27} < x_{28} < x_{29} < x_{30} < x_{31} < x_{32} < x_{33} < x_{34} < x_{35} < x_{36} < x_{37} < x_{38} < x_{39} < x_{40} < x_{41} < x_{42} < x_{43} < x_{44} < x_{45} < x_{46} < x_{47} < x_{48} < x_{49} < x_{50} < x_{51} < x_{52} < x_{53} < x_{54} < x_{55} < x_{56} < x_{57} < x_{58} < x_{59} < x_{60} < x_{61} < x_{62} < x_{63} < x_{64} < x_{65} < x_{66} < x_{67} < x_{68} < x_{69} < x_{70} < x_{71} < x_{72} < x_{73} < x_{74} < x_{75} < x_{76} < x_{77} < x_{78} < x_{79} < x_{80} < x_{81} < x_{82} < x_{83} < x_{84} < x_{85} < x_{86} < x_{87} < x_{88} < x_{89} < x_{90} < x_{91} < x_{92} < x_{93} < x_{94} < x_{95} < x_{96} < x_{97} < x_{98} < x_{99} < x_{100} < \infty$$

C.1	Introductory remarks	37
C.2	Calculated maximum concentration for a composite sample based on detection limit	37
C.3	Required detection limit for a composite sample based on the maximum allowable concentration	38
Annex D (informative) Tools used in sampling.....		40
Annex E (informative) Examples of mobile phone disassembly and disjointment.....		41
E.1	General.....	41
E.2	Partial disassembly without tools – Mobile phone type A.....	41
E.3	Partial disassembly with simple tools – Mobile phone type B.....	43
E.4	Complete disassembly – Mobile phone type B	44
E.5	Partial disjointment – Mobile phone type B.....	45
E.6	Complete disjointment – Examples of disjointment of small electronic parts	46
E.7	Complete disjointment of integrated circuit lead frame package	48
E.8	Complete disjointment of ball grid array (BGA) package.....	48
E.8.1	General	48
E.8.2	Solder ball removal from BGA package – Hand removal procedure.....	49
E.8.3	Solder ball removal from BGA package – Solder ball shear procedure.....	50
Bibliography.....		51
Figure 1 – Generic iterative procedure for sampling		12
Figure 2 – Cross-section of a 900 µm wide lead oxide-based resistor (SMD)		20
Figure A.1 – Methodology for sampling and disjointment.....		26
Figure A.2 – Sampling of DVD player		27
Figure A.3 – Sampling of LCD TV		28
Figure A.4 – Sampling of PDA		29
Figure A.5 – Sampling of desk fan		30
Figure A.6 – Sampling of parts – Thick film resistor		31
Figure A.7 – Sampling of parts – SMD potentiometer		32
Figure D.1 – Hot gas gun for removing electronic parts.....		40
Figure D.2 – Vacuum pin to remove target electronic devices		40
Figure E.1 – Mobile phone type A with battery charger and camera lens cap		41
Figure E.2 – Mobile phone type A with battery and back cover removed		42
Figure E.3 – Partial disassembly of a mobile phone (type B) into its major parts		43
Figure E.4 – Complete disassembly of key pad.....		44
Figure E.5 – Complete disassembly of bottom housing		44
Figure E.6 – Complete disassembly of other housing or frame		45
Figure E.7 – Parts of the TFT display of the mobile phone (type B) after partial disjointment		45
Figure E.8 – Parts of the main PCB of the mobile phone (type B) after partial disjointment		46
Figure E.9 – Disjointment of lead frame		48
Figure E.10 – BGA package prior to disjointment		49
Figure E.11 – BGA package disjointed by hand removal procedure.....		49
Figure E.12 – Solder ball material collected from BGA using hand removal procedure		50
Figure E.13 – BGA solder ball removal using ball shear procedure		50

Table 1 – Minimum number of lead frame samples required for analytical testing	17
Table 2 – Levels of a certain substance (e.g. Pb) in a composite sample	19
Table B.1 – Probability of the presence of certain substances in materials and parts used in electrotechnical products	33
Table B.2 – Probability of the presence of additional certain substances in polymeric materials.....	36
Table C.1 – Calculated maximum concentration for a composite sample based on detection limit	38
Table C.2 – Required detection limit for a composite sample based on the maximum allowable concentration	39
Table E.1 – Possible certain substances or screening substances from a mobile phone (type A).....	42
Table E.2 – Possible certain substances in major parts of the mobile phone (type B).....	43
Table E.3 – Examples of disjointment for typical small electronic parts	47

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES
IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –****Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as “IEC Publication(s)”). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

IEC 62321-2 has been prepared by IEC technical committee 111: Environmental standardization for electrical and electronic products and systems. It is an International Standard.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 2013. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- a) Reference to the IEC 62321 series instead of to a list of individual parts of the IEC 62321 series.
- b) Update of the flow chart in Figure 1. Restructure of Clause 4 and update of examples in Annex A.

- c) Adjustment of the risk levels of certain parts and materials to reflect the recent technology development and material change. Update of Table B.1 to include the risk levels of phthalates. Creation of Table B.2 for other substances (e.g. HBCDD, PAH) in polymeric materials.

The text of this International Standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
111/619/FDIS	111/628/RVD

Full information on the voting for its approval can be found in the report on voting indicated in the above table.

The language used for the development of this International Standard is English.

This document was drafted in accordance with ISO/IEC Directives, Part 2, and developed in accordance with ISO/IEC Directives, Part 1 and ISO/IEC Directives, IEC Supplement, available at www.iec.ch/members_experts/refdocs. The main document types developed by IEC are described in greater detail at www.iec.ch/standardsdev/publications.

A list of all parts in the IEC 62321 series, published under the general title *Determination of certain substances in electrotechnical products*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under webstore.iec.ch in the data related to the specific document. At this date, the document will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The "colour inside" logo on the cover page of this document indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

INTRODUCTION

The widespread use of electrotechnical products has drawn increased attention to their impact on the environment. In many countries this has resulted in the adaptation of regulations affecting wastes, substances and energy use of electrotechnical products.

The use of certain substances in electrotechnical products is a source of either concern or importance in current and proposed regional legislations.

The purpose of the IEC 62321 series is therefore to provide test methods that will allow the electrotechnical industry to determine the levels of certain substances in electrotechnical products on a consistent global basis. This document, as an important part of the IEC 62321 series, covers strategies of sampling along with the mechanical preparation.

WARNING – Persons using this document should be familiar with normal laboratory practice. This document does not purport to address all of the safety problems, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user to establish appropriate safety and health practices and to ensure compliance with any national regulatory conditions.

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation

1 Scope

This part of IEC 62321 provides strategies of sampling along with the mechanical preparation of samples from electrotechnical products. These samples can be used for analytical testing to determine the levels of certain substances as described in the test methods in other parts of the IEC 62321 series. Restrictions for substances will vary between geographic regions and can be updated on a regular basis. This document describes a generic process for obtaining and preparing samples prior to the determination of any substance of concern.

This document does not provide:

- full guidance on each and every product that could be classified as electrotechnical product. Since there is a huge variety of electrotechnical parts, with various structures and compositions, along with the continuous innovations in the industry, it is unrealistic to attempt to provide procedures for the disjointment of every type of part;
- guidance regarding other routes to gather additional information on certain substances in a product, although the information collected has relevance to the sampling strategies in this document;
- safe disassembly and mechanical disjointment instructions related to electrotechnical products (e.g. mercury-containing switches) and the recycling industry (e.g. how to handle CRTs or the safe removal of batteries). See IEC 62554 [1]¹ for the disjointment and mechanical sample preparation of mercury-containing fluorescent lamps;
- sampling procedures for packaging and packaging materials;
- analytical procedures to measure the levels of certain substances. This is covered by other standards (e.g. other parts of the IEC 62321 series), which are referred to as "test standards" in this document;
- guidelines for assessment of compliance.

This document has the status of a horizontal standard in accordance with IEC Guide 108 [2].

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 62321 (all parts), *Determination of certain substances in electrotechnical products*

¹ Numbers in square brackets refer to the bibliography.

3 Terms, definitions and abbreviated terms

3.1 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 62321-1 and the following apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: available at <http://www.iso.org/obp>

3.1.1

composite testing

testing of two or more materials as a single sample that could be mechanically disjointed if necessary

3.1.2

certain substance

substance subject to test methods developed or under development in IEC 62321 (all parts), such as cadmium, lead, mercury, hexavalent chromium, polybrominated biphenyl, polybrominated diphenyl ether, phthalates

Note 1 to entry: IEC 62321-1 includes test methods for the evaluation of each of the substances identified in the definition above.

3.1.3

disassembly

process whereby an item is taken apart in such a way that it could subsequently be reassembled and made operational

3.1.4

disjointment

process whereby materials are separated by mechanical means such that the item cannot subsequently be reassembled to make it operational

3.1.5

homogeneous material

one material of uniform composition throughout or a material, consisting of a combination of materials, that cannot be disjointed or separated into different materials by mechanical actions such as unscrewing, cutting, crushing, grinding and abrasive processes

[SOURCE: EU RoHS DIRECTIVE 2011/65/EU [3]]

3.1.6

sampling

process of obtaining a sample of an electrotechnical product intended for the analysis for the presence of certain substance(s)

3.2 Abbreviated terms

AC	alternating current
BGA	ball grid array
CRT	cathode ray tube (television)
DVD	digital versatile disc
IC	integrated circuit
ICP-MS	inductively coupled plasma mass spectrometry

ICP-AES	inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy
JEDEC	Joint Electronic Devices Engineering Council
LCD	liquid crystal display
LED	light-emitting diode
LOT	line output transformer
MDL	method detection limit
OEM	original equipment manufacturer
OLED	organic light-emitting diode
PBB	polybrominated biphenyl
PBDE	polybrominated diphenyl ethers
PCB	printed circuit board
PCBA	printed circuit board assembly
PDA	personal digital assistant
SCART	Syndicat français des constructeurs d'appareils radio et television
SIM	subscriber identity module
SMD	surface mounted device
TFT	thin film transistor
TV	television
USB	universal serial bus
XRF	X-ray fluorescence

4 Introduction to sampling

4.1 Introductory remarks

Testing of certain substances in products is performed for different reasons including:

- commercial release of a product (e.g. in fulfillment of a contractual agreement between an OEM and a part manufacturer);
- assessment of conformity with regulatory limits;
- forensics, in case non-conformity is questioned (why the product does not satisfy contractual or legal requirements, when did this happen, and how many products are affected?).

Appropriate sampling is crucial when analysing electrotechnical products for the presence of certain substances. The strategy and process of sampling are often as important as the analytical test itself. Hence an effective sampling strategy requires a clear understanding of the electrotechnical product, reasons for the analysis and the requirements to be met.

4.2 Requirements for certain substances

While many regulators, industries and other stakeholders have their own, often non-uniform requirements for certain substances, it is not the intention of this document to discuss fully these differences. However, awareness of different requirements for certain substances is an important step in the sampling strategy. Subclause 4.2 highlights the differences in requirements concerning certain substances.

- Geographical differences: not all geographies (e.g. country or region) impose a restriction to the same substances. For example, some regions have chosen to restrict the use of only a few specific PBDE compounds, while others have a broader restriction regarding this class of flame-retardants. When sampling a product or part, it is critical to keep in mind what the differences are in the applicable legal requirements across geographies.

- Allowable limits: the typical allowable levels of certain substances in many legislations are below 1 000 mg/kg. Some certain substances have their limits set to even lower levels, like 100 mg/kg. For some material types, limits for certain substances may be above 1 000 mg/kg, for example lead in copper and aluminum alloys.
- Applicability of the allowable level: the manner in which the allowable level of certain substances is applied to an electrotechnical product determines the sampling strategy and how the test results are interpreted. Many regulators apply their allowable limits to homogeneous materials. However, the interpretation of homogeneous material is not consistent across the different regions.
- Applicable exemptions: some types of electrotechnical products are exempt from certain substances requirements. These exemptions may be based on different rationales including the scope of the restrictions (e.g. for military purposes), the application of the material (e.g. high melting temperature solder), (maximum) amount of a certain substance in the product, or the electrical properties of the product.

4.3 Complexity of electrotechnical products and related challenges

The complexity of electrotechnical products impacts the sampling and can have a bearing on the practical execution of sampling and analysis. The following elements are identified as relevant to sampling and testing:

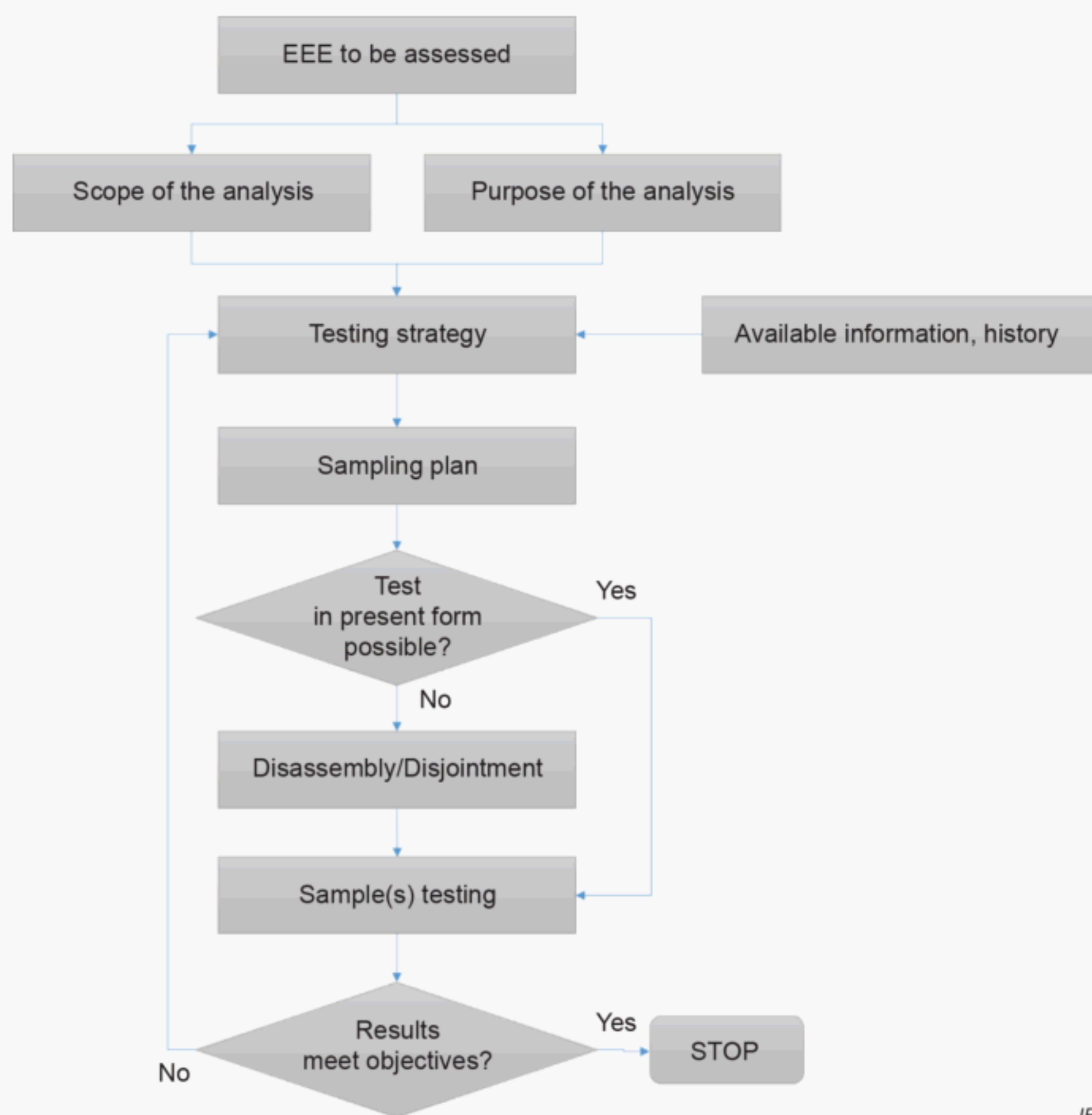
- a) Miniaturization: miniaturization is one of the key trends in the electrotechnical industry. It implies that more functionality is provided within a smaller volume. An increased number of parts and diversity of materials are used per cm² of printed circuit board (PCB) every year. Taking samples for measurement from these small amounts of material is difficult. For example, the size of surface mounted devices (SMDs) is too small for regular tools to further disjoint or separate and the quantity of the remaining sample is often too small after disjointment to satisfy the requirements of adequate analysis.
- b) Number of homogeneous materials: many parts have complex structures and are constructed of multiple layers of different materials. Typically a single electronic part has between 10 and 20 materials, whereas many electrotechnical products or assemblies contain hundreds or thousands of parts. This means one electrotechnical product can have between 1 000 and 10 000 homogeneous materials. Often, homogeneous materials adhere too tightly together for a clean separation in a practical manner. Experience shows that the composition often changes due to molecular diffusion between materials (e.g. the composition of a plating is affected by a base material containing lead). Similarly, present-day electrotechnical products are made of many parts. A typical TV or laptop computer, for example, contains thousands of parts. Hence the design database for an OEM may include several tens of thousands of parts. In Annex E this point is further illustrated in the disassembly of a mobile phone.
- c) Oxidation states of certain substances may not be stable over time. For example, the concentration of hexavalent chromium in corrosion protection layers can change significantly with time and storage conditions.
- d) Visually undetectable substances: another complicating factor in sampling and testing is that often certain substances are not visible without supplemental action or optical enhancement. A part containing a certain substance may look and perform in an identical manner to one that does not contain it. While there are sometimes visible indications of the presence of certain substances (e.g. a yellow coating on steel products suggests the presence of hexavalent chromium), visual detection is not practical.
- e) Batch-to-batch variations: most product manufacturers use commodity parts that may come from multiple suppliers simultaneously, for example cables, resistors and capacitors. Commodity parts are mixed during production because technically they are fully interchangeable, as long as they fit the umbrella specification. However, in most cases they are not chemically identical. Furthermore, experience shows that the materials can be changed by commodity part suppliers (e.g. in times of shortage) which leads to a change in the chemical composition of that part. Notification of these changes is not always provided if the part still meets its technical specification.

- f) Depth of the supply chain: producing electronic parts often involves a complex supply chain. Relatively simple products, such as an external cable, can utilize supply chains at least seven tiers deep. The supply chain for a more complex part such as an LCD screen, is considerably deeper.

These characteristics of the electrotechnical industry show that the management of certain substances, along with sampling and testing, is not straightforward. The size and number of parts, and complexity of the supply chain make it challenging to fully grasp the locations of certain substances in an electrotechnical product. The prospect of implementing homogeneous material level sampling and testing at the upper tiers of the supply chain (towards finished products) is not practical for complex products.

4.4 Sampling procedure

The sampling strategy describes the process to be followed to determine the sample. This is then followed by the actual preparation of the samples and is finalized with the testing. While different approaches for sampling and testing are likely to apply to different electrotechnical products, it is possible to describe a generic process that will be applicable in the majority of cases. This is illustrated by the iterative process shown in Figure 1.



IEC

Figure 1 – Generic iterative procedure for sampling strategy

The process depicted in Figure 1 contains two iterative loops. The first is in relation to the disassembly and disjointment loop that is described further in Clause 5, including as follows

- 1st iteration: partial disassembly (see 5.3);
- 2nd iteration: complete disassembly (see 5.4);
- 3rd iteration: partial disjointment (see 5.5);
- 4th to nth iteration: complete disjointment (see 5.6).

The other iterative loop refers to whether the objectives of the assessment have been met, which is out of the scope of this document.

4.5 Scope of the analysis

The development of the sampling strategy for a particular electrotechnical product or part starts with the definition of the scope of the analysis. It also includes what can be excluded, based on knowledge found elsewhere. Some basic questions to be considered in this phase include (not intended to be exhaustive):

- Which geographies are covered with the test?
- If not all, which of the certain substances are tested (e.g. either because they are restricted by regulations within the region under scope or because of customer requirements)?
- What are the allowable limits for these certain substances in the applicable geographies?
- What is the complexity of the product or part and is it practical to consider sampling and testing at the homogeneous material level?
- Are there applicable exemptions applying to one or more of the certain substances to be tested?
- Is a bill of materials available for the product?
- Are specifications and drawings of the product or part available?
- What is the depth of the supply chain for the parts and materials in this product?
- Are material declarations for this product available?
- Is there any previous experience evaluating this product or similar products that could be helpful?
- Is there any risk for the certain substances to be found in the materials used in the product/part?
- Was any screening (e.g. X-ray fluorescence) previously performed on this product or similar products that could be helpful?
- Is there any information regarding the manufacturing process of parts or materials (metal making or IC production) used in this product or similar products that could be helpful?
- Are there any perceived process controls present at the part or material suppliers (e.g. level of trust in the manufacturer)?
- Is there any history of concern with the part or material supplier?

The answers to these and perhaps other, more specific questions will influence the sampling strategy.

4.6 Purpose of the analysis

The sampling strategy will also depend on the ultimate objective of the analysis. One strategy (perhaps used by enforcement authorities) is an analysis to verify if the product contains at least one certain substance exceeding the allowable limits. This approach involves gradual, selective sampling, targeting deliberately those parts of the product that are either known, or are likely to contain certain substances. Each sampling phase could be followed by testing. If the results are not conclusive to show certain substances are above the allowable limit, a further stage of sampling and analysis could be performed. Once the test results exceed the allowable limit for at least one certain substance in any part, the product as a whole is deemed non-conforming and no further sampling and analysis are necessary. Annex B provides a list of parts which currently have a probability of the presence of one or more certain substances.

If the objective of the analysis is to release a product for production or to prove full conformity of the product, a more in-depth sampling strategy than an occasional check on specifications is necessary. Samples would be prepared from each individual material or part. As the objective is to cover all parts and materials in a product, other routes may be used to gather information on a product level. In the downstream supply chain, process documentation and/or analysis reports may exist that would reduce the effort required in sampling and analysis.

In order to optimize costs and efficiency, the desired outcome of the testing needs to be well understood. It is often impractical to sample and test all parts and materials of a product. An organization is left to determine the optimum balance of effort and costs against effectiveness of the sampling strategy. Some considerations to minimize sampling and testing efforts and costs are listed below:

- parts or materials with a low probability of containing certain substances (less likely to contain certain substances hence pose a lower risk of non-conformity if not tested, see Annex B) that could be excluded from the testing if the supplier is trustworthy;
- applicable exemptions for certain substances (the presence of certain substances would not affect conformity);
- material declarations from the trustworthy supplier;
- historical test data (evidence for the probability of containing certain substances);
- composite sampling and testing (covers several materials in a single test, but other factors shall be considered, see 5.7.3 and Annex C);
- minimum sample size necessary to run analytical tests and the number of samples necessary to determine whether or not it is practical to test.

4.7 Testing strategy

Once the scope and the objective of the analysis have been defined, the exact testing strategy can be determined. It will entail aspects like:

- what parts of the product, if not all, are tested;
- what is the test method to be used for different parts or materials;
- statistical relevance to be achieved;
- how many samples are needed to execute the test at the chosen statistical relevance;
- disjointment methods that will be applied to different parts or materials.

Before initiating the test, a feasibility of the testing strategy should be performed (e.g. is the sample mass, size or volume sufficient?). Further sampling and disassembly or disjointment may be necessary, where a choice can be made to either completely disjoint or only select materials with a high probability of containing certain substances. Table B.1 and Table B.2 are used to assist in the identification of these parts and materials.

If testing is appropriate, the relevant testing procedure shall be followed. Where certain substances are present in the parts or materials there may be an applicable exemption (some examples are given in Table B.1).

Following the flowchart in Figure 1 is an iterative process. How far this process is pursued will depend on the objective of the sampling strategy. After the screening steps, further analytical testing is undertaken as necessary.

5 Sampling plan

5.1 Introductory remarks

This document only provides general sampling guidelines, which are intended to form the basis of the sampling strategy appropriate to the electrotechnical product.

Before sampling, the following questions need to be addressed:

- a) Based on available knowledge of the product, can any sections or parts be identified that are likely to contain certain substances (see Annex B)?
- b) Is it practical to analyse any of these sections or parts without disassembly?
- c) Can the part selected be regarded as homogeneous material for the purpose of the analysis?
- d) Is the part selected for analysis representative?
- e) Does the sample selected fulfil the criteria of minimum mass, area, thickness or volume required by the chosen analytical methods?

The answers to these questions will determine the sampling strategy and the extent of disassembly and disjointment, if any, required to provide representative samples that are homogeneous and of sufficient quantity to permit a valid analysis.

Whenever possible, sampling should be performed by stages of minimal disassembly and disjointment. Each stage is followed by an assessment of its effectiveness (see the flowchart in Figure 1 and Figure A.1), typically by screening analysis (see IEC 62321-3-X). Depending on the results of the assessment and objectives of the analysis, further disassembly, disjointment and sampling shall be performed, as required, especially for verification analysis of the product parts and materials. This approach offers the least expensive, fastest and the most efficient means of analysis, especially when undertaken on the finished product.

The numerous types and diversity of electrotechnical products make it impractical to provide detailed sampling strategies for each one. Instead, procedures covering five increasingly destructive levels of sampling are described.

Annex A provides generic sampling flowcharts based on Figure 1 for certain characteristic electrotechnical products: DVD player, LCD TV set, PDA and a desk fan, along with two parts, a thick film resistor and SMD potentiometer.

Annex D lists some commonly used disassembly and disjointment tools.

When determining certain substances it is strongly recommended to ensure that the tools used are free from the substances of interest to avoid possible contamination.

Annex E gives examples of the disassembly and disjointment, covering two types of mobile phone, along with the disjointment of various small electronic parts, in particular integrated circuit lead frame and ball grid array (BGA) packages.

5.2 Sampling of a complete product

Sampling of the complete product is the first, non-destructive step in the iterative sampling strategy where representative parts of the product can be analysed in their present form without disassembly or disjointment.

However, "complete product" is a relative term. For example, an AC power cord is a complete product for its manufacturer, but it may be just a part in a TV set. Complete products may be evaluated without disassembly if they have a very simple construction, or if the locations of expected certain substances are known and it is possible to test for them without disassembly.

NOTE Even a seemingly simple product such as a power cord can be composed of perhaps 10 to 20 different homogeneous materials.

5.3 Partial disassembly

The product is disassembled down to its major parts and tested non-destructively, where possible. See Annex E.

5.4 Complete disassembly

Complete disassembly separates all parts as far as possible, while still permitting reassembly to give an operational product. See Annex E.

5.5 Partial disjointment

Frequently, the detailed analysis of a complete electrotechnical product for certain substances requires disassembled parts to be further separated by disjointment. However, it is often impractical for such products to be disjointed completely into their constituent homogeneous materials. Hence sampling and partial disjointment of parts shall focus on those with a high probability of containing certain substances (see Table B.1 and Table B.2). When considering the locations from which samples can be obtained for analysis, it is important to understand the structure and materials of these items and the possible locations of certain substances within them.

After disjointment, the separated parts will not be able to be reassembled into an operational state.

Typical parts within complete electrotechnical products such as mobile phones, televisions, personal computers, refrigerators, are

- printed circuit board assembly (PCBA),
- resistors,
- capacitors,
- semiconductor packages (ICs),
- transformers,
- moulded connectors,
- heat sinks,
- connecting cables, etc.

5.6 Complete disjointment

The objective of complete disjointment is the complete separation of all parts into their homogeneous materials. Generally, this is not practical because "complete disjointment" extends only as far as the available tools and techniques permit.

Before attempting the "complete disjointment" of complex parts into their homogeneous materials, it is helpful to understand their internal structure and materials. This can be achieved by

- professional knowledge,
- technical documentation,
- analysis by means of X-ray fluorescence (XRF) screening.

The XRF method is very helpful in identifying the materials present in advance of disjointment, especially when the structure of the sample is unknown.

5.7 Test sample considerations

5.7.1 Introductory remarks

In 5.3 to 5.6 disassembly and disjointment are discussed from the high level down to the detailed level. At the detailed level, certain difficulties become apparent. In theory, sampling to the homogeneous level could continue down to the nano-scale. In practice, however, such sampling is at best very difficult or unacceptably time-consuming. Method detection limits are dependent on sample masses, sizes or volumes, among other things. Tests performed to samples with too small masses, sizes, or volumes can render the results unsuitable to confirm that the concentration of a given substance is below (or above) the allowable level.

Sampling and analysis of certain substances at the homogeneous material level are often difficult and a proper understanding of the basis of interpretation is crucial, particularly when dealing with composite samples.

5.7.2 Required sample size

Minimum sample amounts are specified in IEC 62321 (all parts).

Certain materials have matrices which may fall outside the minimum sample amounts. Samples with high concentrations will require dilution which can increase method detection limits (MDLs).

For small parts, it is often impractical to obtain enough sample mass to conduct analytical testing. For illustrative purposes, Table 1 summarizes how weights in a typical lead frame material declaration report as well as the minimum sample size of IEC 62321 test methods are used to calculate a minimum number of samples that would be required to collect sufficient sample mass for analytical testing. The technical assumptions for the calculations are also shown in Table 1.

Table 1 – Minimum number of lead frame samples required for analytical testing

Material layer	Weight of material per unit /mg	Number of units required for Pb/Hg/Cd analysis ^a	Number of units required for Cr ⁶⁺ analysis	Number of units required for PBB, PBDE and phthalates analysis
Bond wire ^{b,c,d,e,f}	1,7	368	N/A	N/A
Die attach ^{b,c,d,e,f}	0,7	893	N/A	179
Lead frame ^{b,c,d,e,f}	42,0	15	N/A	N/A
Lead frame plating ^{b,c,d,e,f}	0,6	1 042	Unknown	N/A
Mould compound ^{b,c,d,e,f}	52,9	12	N/A	3
Silicon die ^{b,c,d,e,f}	6,0	104	N/A	N/A

Assumptions

- ^a The same test method is used for the three elements and the concentrations can be obtained from one sample. This is used for illustrative purposes to demonstrate sample sizes. However, Hg and Cd would not be expected in lead frame.

If more than one substance is required for analysis, then the number of units required is the sum of the number of samples required for the individual substance.
- ^b Minimum sample weights are specified in IEC 62321 (all parts).
- ^c 20 % volume (weight) loss due to sample preparation.
- ^d It is not technically possible to separate each material layer without contamination.
- ^e 100 % of each material can be collected from each layer.
- ^f Not applicable to substances that are not expected to be present in the material layer.

Table 1 shows that, theoretically, 15 samples are required for lead testing of the lead frame material layer. However, as discussed in Annex E, the actual number of samples required to obtain sufficient mass from the lead frame layer in a laboratory environment was closer to 30 to 35 samples. This was because the entire lead frame layer could not be collected from each unit as the mechanical disjointment process had to prevent cross-contamination of other material layers. (There is no need to analyse for hexavalent chromium, PBB, PBDE and phthalates as the legs of an IC are at very low risk of containing these substances.) Therefore, the numbers presented in Table 1 shall be viewed as the "best case" or "theoretical minimum".

Based on the above recommendations, to run all six of the certain substance tests in accordance with IEC 62321 (all parts) requires a minimum sample mass of 3,6 g. However, depending on the material, there may be as much as a 20 % loss during the mechanical sample preparation (see Clause 7) before testing. Therefore, $3,6 \times (1 + 0,2) = 4,3$ g could be the actual minimum sample amount to be obtained from the parts to analyse for all six given substances. Flame retardants and plasticizers are not typically used for metallic material layers, so for the analysis of only these substances the minimum sample size can be reduced to $0,3 \times (1 + 0,2) = 0,4$ g.

As the number of samples required for testing increases, so does the risk that the part population will not be identical. The parts may come from different lots, and/or their materials may differ, even if the part number and/or performance and/or specification remain the same. Consequently, the analytical result could be a misleading mean of the samples tested (diluting high levels of a certain substance in only a few of the samples) or even be inconclusive.

Hence, sampling large numbers of small parts, such as those shown in Table 2 and the lead frame example in Table 1 can make definitive analytical testing very difficult. For example, can the material collected for analysis be considered a homogeneous material? Are the samples used identical to each other? What criteria are used to assess the uniformity of the part's lot?

5.7.3 Sample size versus detection limit

There is an inverse relationship between sample size and detection limit. As the amount of material available to analyse decreases, the method detection limit of a given substance increases.

The disjointment process becomes progressively more difficult as the size of the parts decreases. However, size is not always the limiting factor. For example, it is more difficult to disjoint a 10 mm³ IC than a 4 mm³ varistor. Due to the difficulty of disjointing small parts, it is helpful to specify a minimum size beyond which disjointment is no longer required. Parts smaller than this minimum size are pulverized and the resultant material analysed and treated as a "homogeneous material" for technical limitations of sampling and analysis, even though it is actually a composite of several homogeneous materials. In this case the detection limit issues become important. It should be noted that setting a minimum sample size at a certain level does not solve certain basic issues related to sampling and analytical testing.

In cases where the disjointment is continued to the smallest homogeneous material, the amount of material which is required for analysis is determined by the minimum sample quantity required for a particular analytical method, which is related to the sample type, sample preparation technique (see Clause 7) and the analytical method. For example, when testing for lead in polymers by ICP-MS using dry ashing as the sample preparation procedure, a 0,02 g sample is required for a 1 mg/kg reporting limit. When using ICP-AES, a 0,2 g sample is required for a 5 mg/kg reporting limit.

In general, every combination of matrix, sample preparation technique and analytical method will have a minimum sample size required to achieve a particular reporting limit. As the size of the sample is reduced, the reporting limit increases until, using ICP-AES, for a 0,02 g sample size, the reporting limit has increased to 50 mg/kg. It is important to understand the relationship of sample size and reporting limit for the matrix, sample preparation technique and analytical method used to determine a certain substance.

5.7.4 Composite sample considerations

When testable material is limited and difficult to obtain, it is particularly important to be aware of the probability of the presence of a certain given substance so as to avoid unnecessary testing (see Table B.1 and Table B.2). For example, metals do not need to be tested for flame retardants. However, when collecting leads or balls of ICs, a small amount of moulding compound can remain attached to the metal, providing a source of flame retardant. Such cross-contamination is virtually unavoidable and needs to be taken into consideration, as to avoid false-positive results.

Another aspect to be considered is dilution of the certain substance depending on the way the sample is prepared. Sampling that results in a test specimen consisting of multiple homogeneous materials (a composite) may test positive for one or more given substances. When results are expressed in mg/kg of the mixed composite sample, they may be found to be under the allowable limit. This mechanism is illustrated in the hypothetical case of Table 2. When expressing the concentration of the total composite material this can be below the tolerable level (e.g. 1 000 mg/kg), while the results on the basis of the homogeneous material may well exceed the tolerable level. An example of such a situation is depicted in Table 2, where material A contains a significant level of lead (Pb) which is diluted in the overall lead result of the mixed composite sample. To avoid those issues, requesting confirmation from suppliers might be necessary. Further considerations for composite samples are covered in Annex C.

Table 2 – Levels of a certain substance (e.g. Pb) in a composite sample

Homogeneous material	Mass fraction %	Pb concentration mg/kg	Pb concentration in the composite sample mg/kg
A	25	1 200	300
B	25	600	150
C	20	0	0
D	15	0	0
E	15	40	6
Total for the composite sample	100	N/A	456

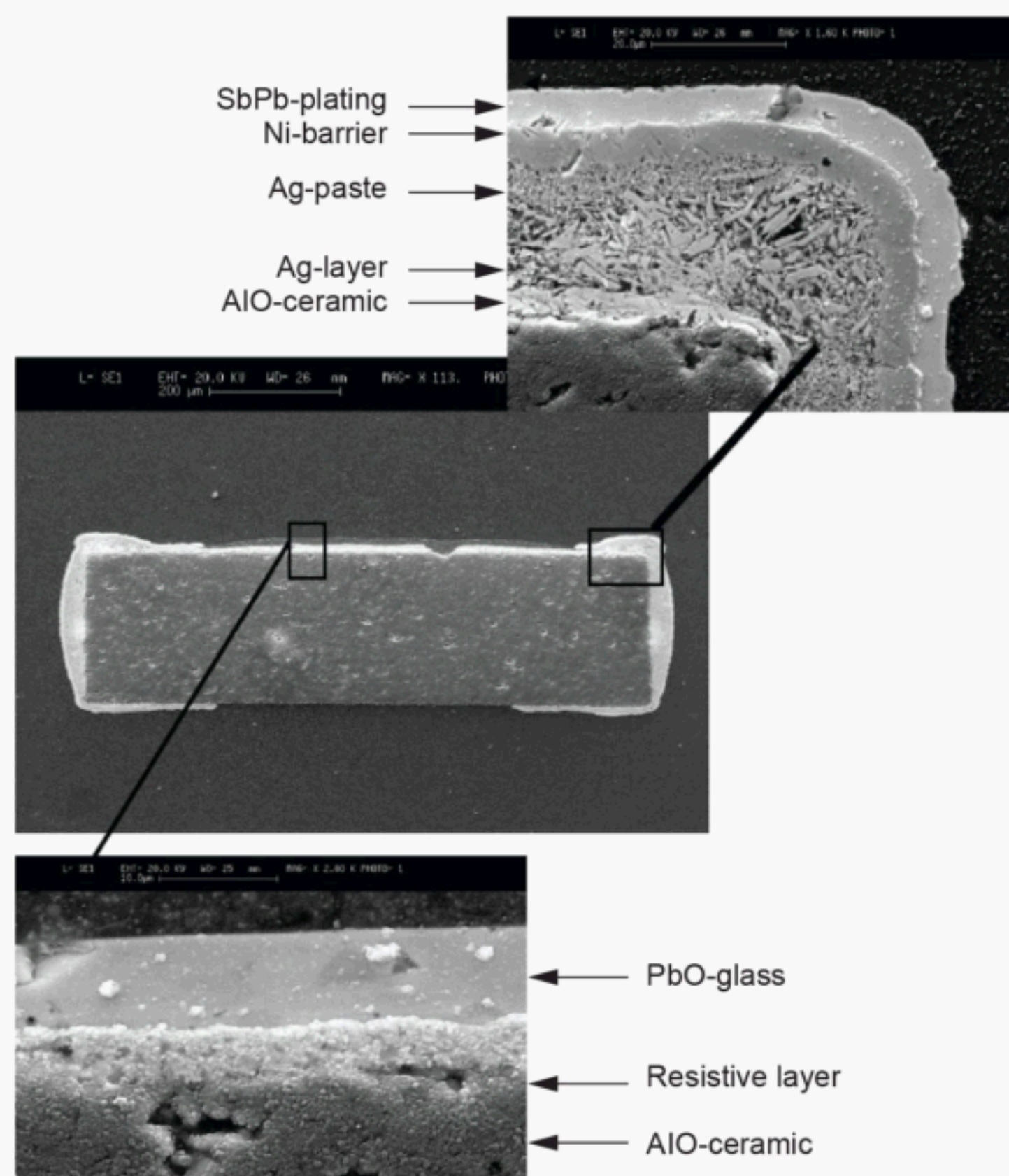
5.7.5 Non-uniform "homogeneous materials"

There is an inherent conflict within the definition of homogeneous material for those parts that cannot be mechanically disjointed, but do not have a uniform chemical composition. As mentioned in 5.7.3, it may be necessary to homogenize such samples and treat them as a single "homogeneous material" for testing purposes. However, far more knowledge of the part's structure and materials is required to obtain valid analytical results.

When the part is prepared (e.g. ground into a powder) and tested as a single sample, the analytical result will be the mean level of certain substances present with respect to the entire mass of the sample tested. Difficulties arise when both restricted and non-restricted forms of the same substance co-exist in the sample. This is shown in Figure 2 for a resistor that cannot be mechanically disjointed, but contains lead in restricted (lead-based plating, upper cross-section) and exempt (lead oxide (PbO) glass, lower cross-section) forms. The composite sample from this non-disjointable part cannot distinguish between the different sources of lead. Hence it is not possible to determine the lead concentrations in each of the homogeneous materials by testing the resistor as a composite sample. In essence this holds true for several sizes of parts that cannot be mechanically disjointed.

Where several substance restrictions apply to a single part at the homogeneous material level, perhaps based on their specific application, the individual homogeneous materials shall be analysed separately, which can be challenging in practice.

Strategies need to be developed to address these challenges, particularly as electrotechnical products continue to shrink in size and grow in complexity, while the number of certain substances increases and the permitted limits fall. Screening techniques are used to gather more information on the certain substances, and it may be possible to analyse materials in-situ as a cross-section, as shown in Figure 2 (see IEC 62321-3-X). However, it remains difficult to distinguish between exempt and restricted forms of the same substance. In such cases, communication along the supply chain is more appropriate than testing. See IEC 63000 [4] for more details.



IEC

Figure 2 – Cross-section of a 900 µm wide lead oxide-based resistor (SMD)

5.7.6 Determination of sampling of homogeneous materials from different positions

Although homogeneous materials share the same physical or chemical properties, their compositions are not always completely uniform. If the sample mass required for testing is not more than half of the available mass of the material, sampling should be selected from different areas (positions), including at least one geometric centre and the ends of two diagonals. For example, a long cable sheathing should be sampled in multiple positions, such as the centre and ends.

6 Conclusions and recommendations for sampling

The strategy and process of sampling are critical preliminary steps in the valid analysis of certain substances in electrotechnical products. The quality of analytical results and specifically their representativeness of the analysed sample are directly affected by the sampling technique. Selection of the sampling strategy depends on the substance(s) to be determined, their allowable limits, the basis on which the restrictions are applied and possible exemptions. Other important factors are the complex structure of electrotechnical products, the small size of their parts, diverse material content, batch-to-batch variations, depth of the supply chain and the analytical test method. These considerations are discussed in detail in Clause 4, concluding that the sampling strategy is driven by the objectives of the analysis.

A generic, iterative procedure for sampling is described in Figure 1. Given its iterative nature, there is no single, universal approach. The entity performing the sampling shall determine which and how many iterative levels of disassembly and disjointment are necessary to meet the objectives of the analysis. Each iteration is followed by an assessment of the extent to which these objectives have been met. The examples in Clause 5 and Annex A and Annex E of this document as well as IEC 62321-3-1 show that the proper sampling strategy and intelligent use of analytical techniques can substantially reduce the amount of work required.

This document illustrates that sampling for the analysis of certain substances in electrotechnical products is often complicated and even impractical when evaluating small complex parts. The difficulty stems from the restriction of substances at the homogeneous material level, which therefore becomes a key element of sampling. Problems arise when evaluating a sample that is not uniform in composition throughout, yet for practical reasons cannot be mechanically disjointed (e.g. the resistor in Figure 2). This scenario illustrates the deficiency of the definition of homogeneous material. Where no further mechanical disjointment is possible, analytical testing alone cannot determine whether the sample complies with certain substance requirements at the homogeneous material level.

It is often impractical to disjoint and test all homogeneous materials in a product or part. Even when it is physically possible, constraints such as time, resources and the amount of material available may be insufficient for a meaningful analysis. To alleviate this difficulty, sampling strategies shall prudently utilize information from material declarations and knowledge of the probability of the presence of a certain substance in a specific material type (see Table B.1 and Table B.2). Additionally, the practical extent to which the materials can be mechanically separated with common tools should be considered. The importance of understanding the limitations of intelligent testing strategies (e.g. testing of composite materials) in order to be able to make effective decisions is highlighted in 5.7. These strategies shall also be aligned with the objectives of the analysis.

7 Mechanical sample preparation

7.1 Overview

7.1.1 Field of application

Clause 7 provides strategies on mechanical sample preparation. Common techniques are covered for mechanical size reduction of electrotechnical products, their sub-units or portions thereof, prior to the determination of certain substances.

NOTE Sample handling and preparation for specific analytical methods are addressed in other parts of the IEC 62321 series.

The user shall choose to apply one or more of the approaches, or an equivalent, to create samples suitable for analysis. Selection of the appropriate technique(s) depends on the required particle size for the analytical method to be used. Alternative methods of mechanical sample preparation can be used, provided that the required particle size of the sample is achieved without decomposition and contaminating or compromising the sample with certain substances.

7.1.2 Quality assurance

Due to the risk of analytical bias resulting from contamination, evaporation of volatile parts (e.g. volatilization due to heat), decomposition of organic compounds (e.g. by heat and ultraviolet) or from loss of material through dust emissions, it is important to select the appropriate equipment and cleaning procedures.

Contamination can be caused by the grinding equipment and any accessories that contact the sample. For the chosen equipment, it shall be known which elements may be released that will contaminate the analysis sample, for example cobalt (Co) and tungsten (W) can be released from tungsten carbide (WC) equipment, and chromium (Cr), nickel (Ni), molybdenum (Mo) and vanadium (V) can be released from stainless steel equipment.

The laboratory shall demonstrate by experiment that a mechanical process does not result in contamination by, or loss of, detectable amounts of certain substances, and similarly, that the procedure employed for cleaning the mechanical sample preparation equipment prevents contamination of the sample with certain substances from the previous sample. For example, processing and analysing certified reference materials and blanks before or after processing a material known to contain significant levels of certain substances may be necessary. Use of certified reference materials is not mandatory. However, the materials used shall have a known regulated substance content to determine that the mechanical sample preparation and cleaning processes do not cause contamination or loss of regulated substances. The effectiveness of the mechanical sample preparation technique shall be continuously monitored by using quality control practices, including matrix spikes or control samples.

7.2 Apparatus, equipment and materials

The following apparatus, equipment and materials are recommended, subject to the type of material being prepared:

- a) coarse grinding or cutting mill with 4 mm and 1 mm or similar stainless steel bottom sieve;
- b) centrifugal mill with 250 µm tungsten carbide-coated (WC) steel sieve, and a 6-fold WC-coated rotor (for uniform plastic material a 1 mm steel sieve is appropriate). To avoid the risk of introducing impurities during milling, a 1 mm titanium sieve and a steel or titanium sieve rotor shall be used;
- c) "freezer" bladeless cryogenic impact grinder or mill with self-contained LN₂ tub, insulated case, speed control, programmable timer and safety interlock;
- d) homogenizing mixer (e.g. blender);
- e) analytical balance capable of weighing accurately to 0,000 1 g;
- f) brushes (different sizes);
- g) paper;
- h) scissors, heavy plate shears;
- i) glass beaker;
- j) liquid nitrogen (LN₂);

WARNING – Liquid nitrogen is quite volatile and can cause oxygen deficiency in the area of use, especially if the area is enclosed. The laboratory is responsible for ensuring that the proper safety procedures are followed, and that protective equipment is used during cryogenic grinding.

- k) powder funnel;
- l) gloves;
- m) safety glasses;
- n) polyethylene receptacle (for use with LN₂).

NOTE Refer to Annex D for tools used in sampling.

7.3 Procedure

7.3.1 General

Depending on the sample type and size, any of the below procedures or a combination may be used to prepare the sample.

7.3.2 Manual cutting

Manual cutting is suitable for rough cutting and preparation of samples for further reduction by grinding, etc. Recommended maximum sample sizes are listed below, but will depend on the specification of the equipment used in the subsequent preparation processes:

- a) electronics: samples are pre-cut to a size of 4 mm × 4 mm using heavy plate shears (see 7.2 h));
- b) metal sheeting: samples are pre-cut to a size of 4 mm × 4 mm using heavy plate shears;
- c) polymers: samples are pre-cut to a size of 5 mm × 5 mm using heavy plate shears or scissors. Thin polymer foil shall be cut into small pieces.

7.3.3 Coarse grinding or milling

Coarse grinding is suitable for reducing samples to approximately 1 mm in diameter. Cool the samples if needed with the LN₂ (7.2 j)) to embrittle them prior to coarse grinding. An example of such cryogenic preparation is to put the samples in a polyethylene receptacle (7.2 n)) to cool with LN₂ in a container (e.g. beaker, flask). Wait until the LN₂ has dissipated. Grind the samples in a coarse grinding or cutting mill (7.2 a)) using a 4 mm stainless steel bottom sieve. Carefully sweep out and collect all particles. Refit the mill with a pre-weighed 1 mm stainless steel bottom sieve and reprocess the 4 mm material. Carefully sweep out the mill and collect all particles. If desired, re-cool the sample for 5 min with LN₂ between grinding cycles.

NOTE 1 It may only be possible to mill metallic materials to a particle size of 4 mm (although 1 mm particles are preferred).

NOTE 2 A polyethylene receptacle could be a polyethylene sealing-bag, vial with cap, etc. which could contain the sample preventing from contacting with LN₂ directly.

7.3.4 Homogenizing

Homogenizing is suitable for preparing the coarsely ground sample in the mixer prior to further size reduction in the centrifugal mill (7.2 b)). Use a container with double the capacity of the amount of powder to be mixed. Set the mixer (7.2 d)) to an appropriate speed and mix the powder until it is homogeneous.

7.3.5 Fine grinding or milling

Fine grinding or milling is suitable for reducing samples to < 1 mm in diameter.

Mill the sample powder with the centrifugal mill. Carefully sweep out the centrifugal mill and collect all the powder. The collected material should be sieved to obtain a sufficiently homogeneous portion of known particle size range.

7.3.6 Very fine grinding of polymers and organic materials

For polymers and organic materials, use of a dedicated bladeless cryogenic impact grinder (7.2 c)) is recommended. This procedure is suitable for the reduction of samples to 500 µm in diameter or less. It is not suitable for metal, glass or similar hard and sharp materials.

Between 3 g and 10 g of rough-cut (3 mm to 5 mm sections) are placed in the sample vial so that it is two-thirds to three-quarters full. Add the grinding rod and secure the ends of the vial. Cool the bladeless cryogenic impact grinder for 15 min by filling the reservoir with LN₂. Place the grinding vials with the samples in the grinder and lock the cover into place. Grind the sample until the desired particle size is reached. One or more sieves should be used once grinding is complete to ensure a sufficiently homogeneous sample.

Annex A

(informative)

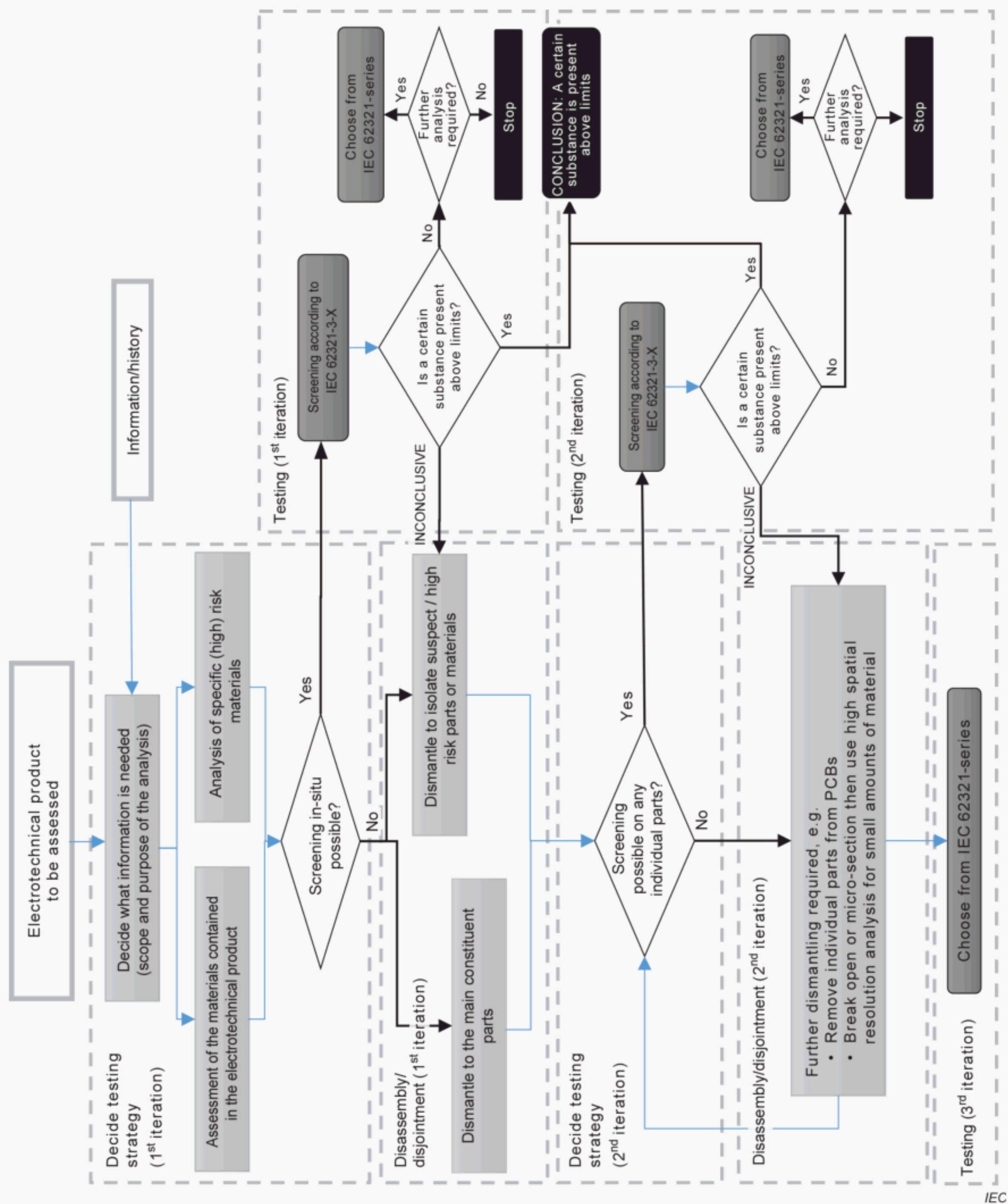
Examples of procedures for sampling and disjointment

This annex provides a detailed generic procedure for sampling and disjointment (Figure A.1, see also Figure 1) along with several worked examples:

- sampling of DVD player (Figure A.2);
- sampling of LCD TV (Figure A.3);
- sampling of PDA (Figure A.4);
- sampling of desk fan (Figure A.5);
- sampling of parts – thick film resistor (Figure A.6);
- sampling of parts – SMD potentiometer (Figure A.7).

The following points can be considered in conjunction with the flowcharts.

- a) Analysis can be undertaken for a number of reasons:
 - analysis of a specific material or location (e.g. a manufacturer carrying out an internal audit, a distributor checking areas of the electrotechnical product which have a high probability of the presence of certain substances, an enforcement authority pursuing particular intelligence);
 - screening as part of an incoming goods inspection;
 - the initial stage of a comprehensive review of the whole product.
- b) See Table B.1 and Table B.2 for the probability of the presence for certain substances.
- c) Exemptions for some substances in certain applications only apply under particular regional legislation.



IEC

Figure A.1 – Methodology for sampling and disjointment

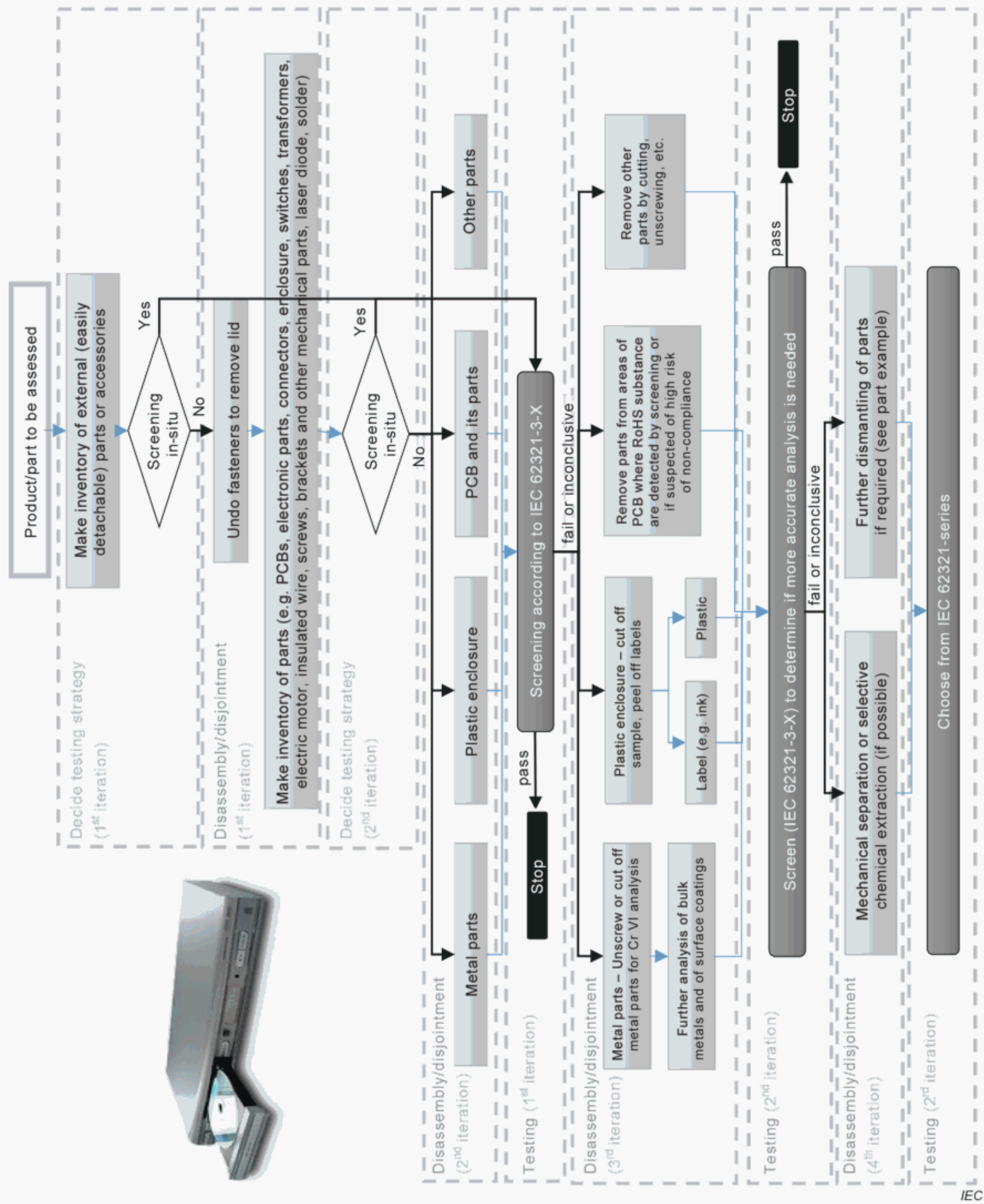
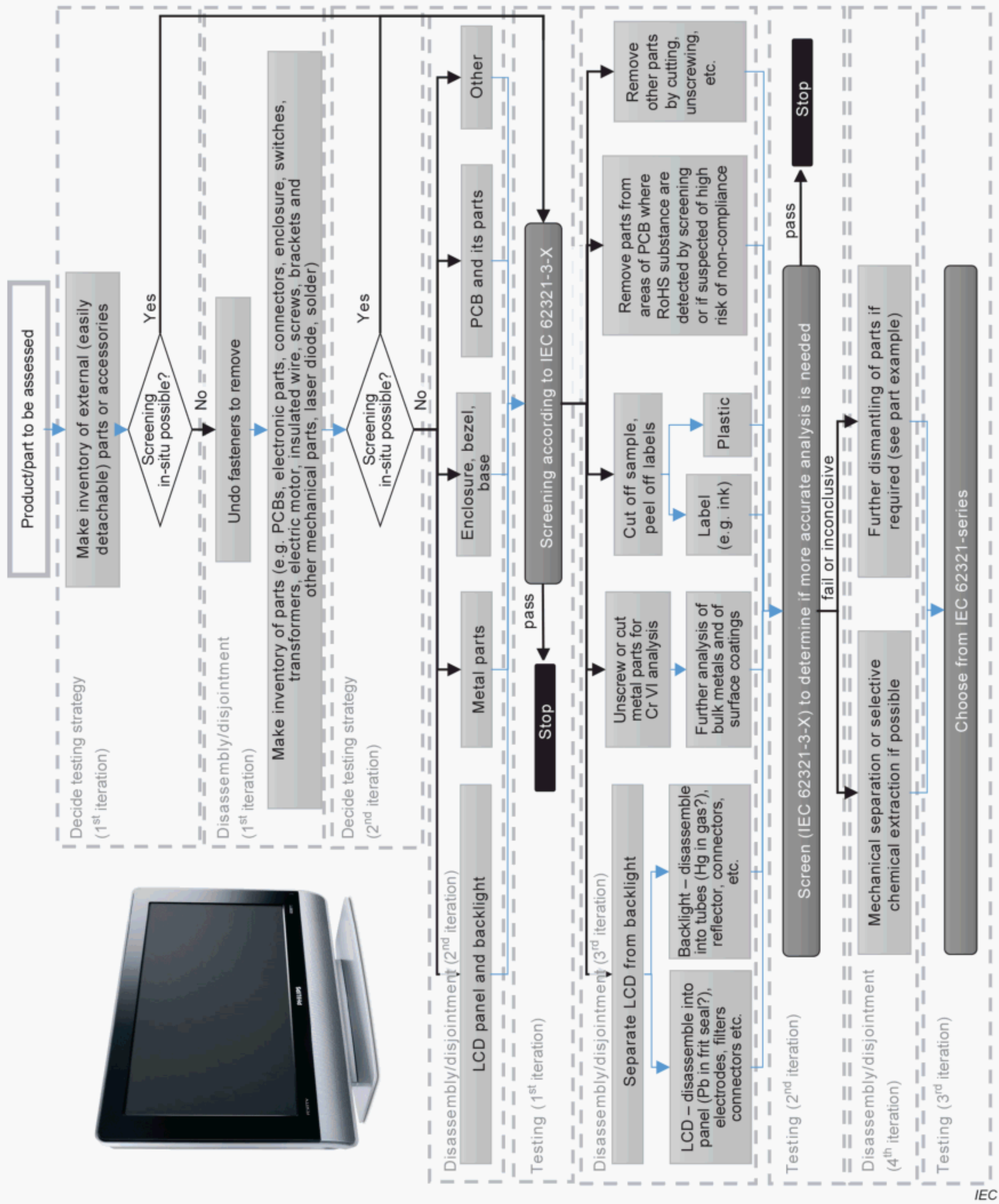


Figure A.2 – Sampling of DVD player



IEC

Figure A.3 – Sampling of LCD TV

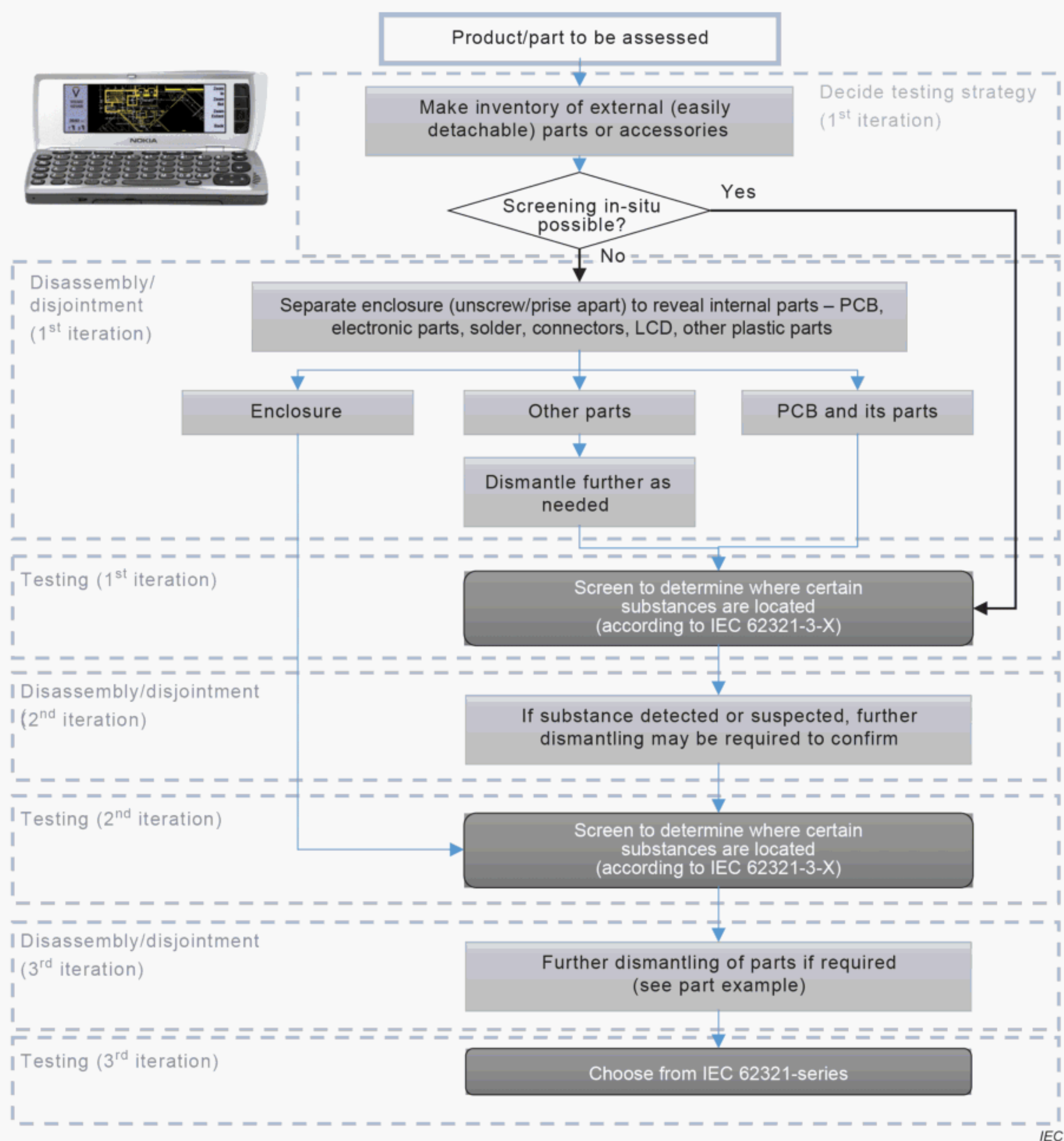


Figure A.4 – Sampling of PDA

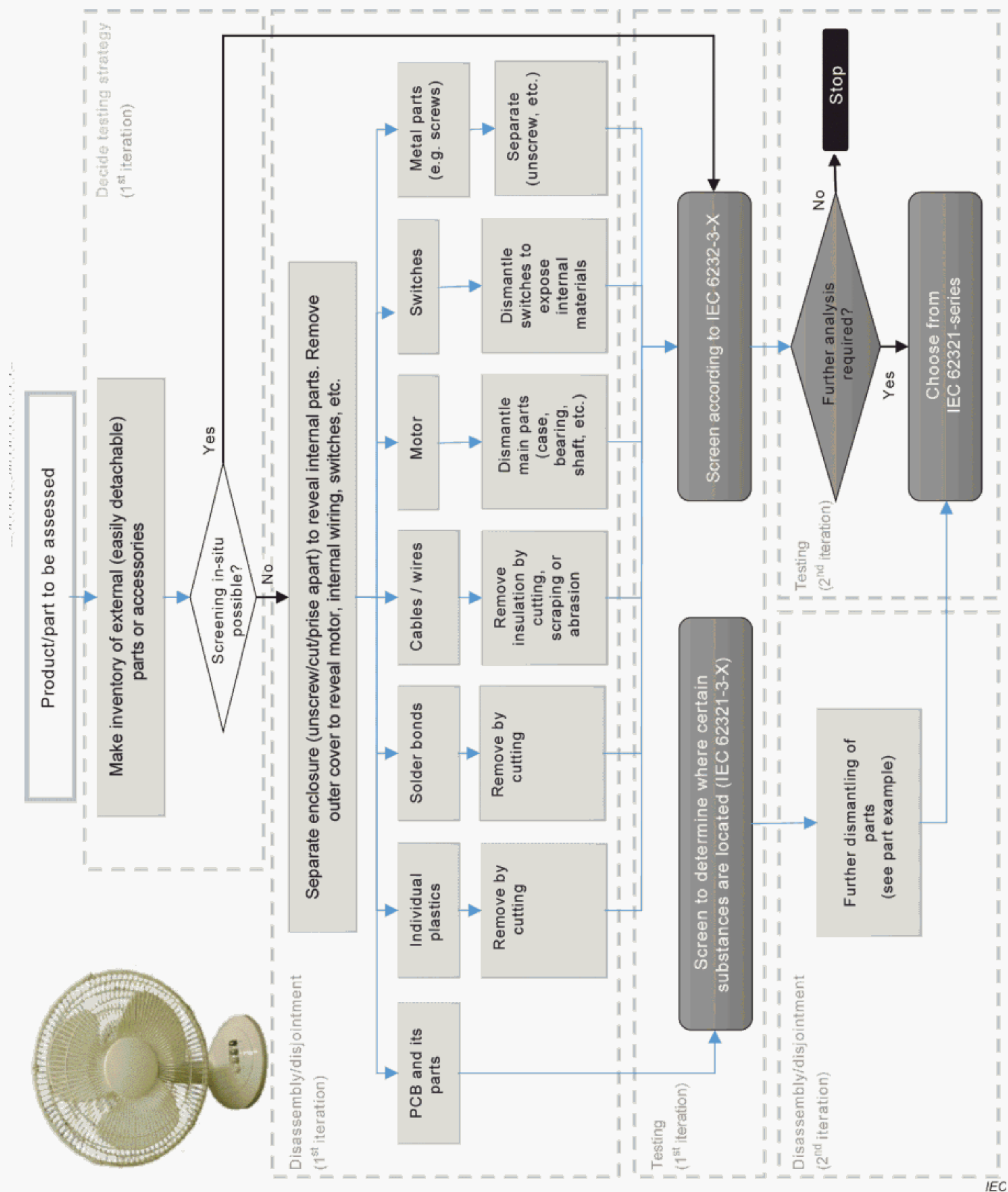
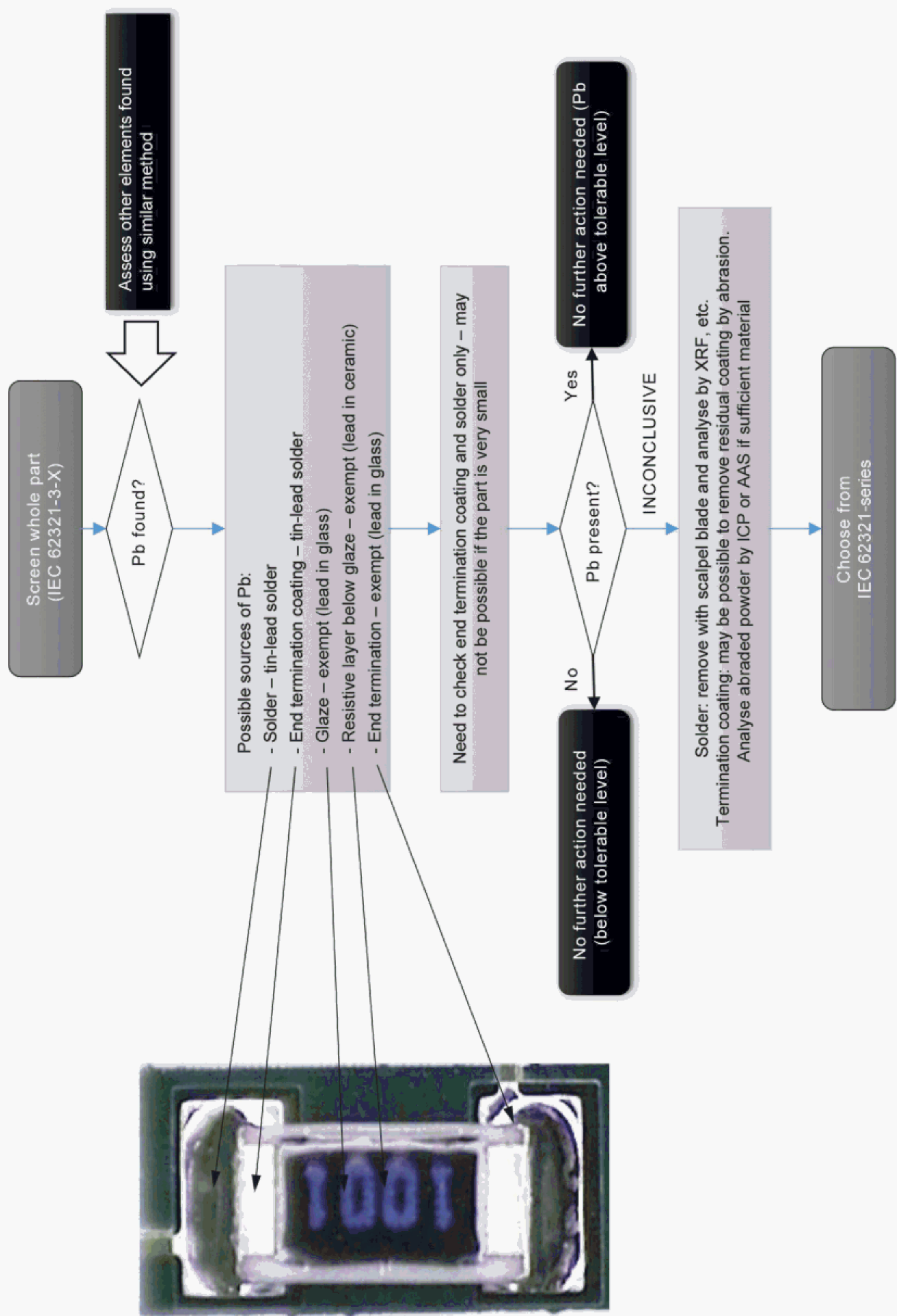
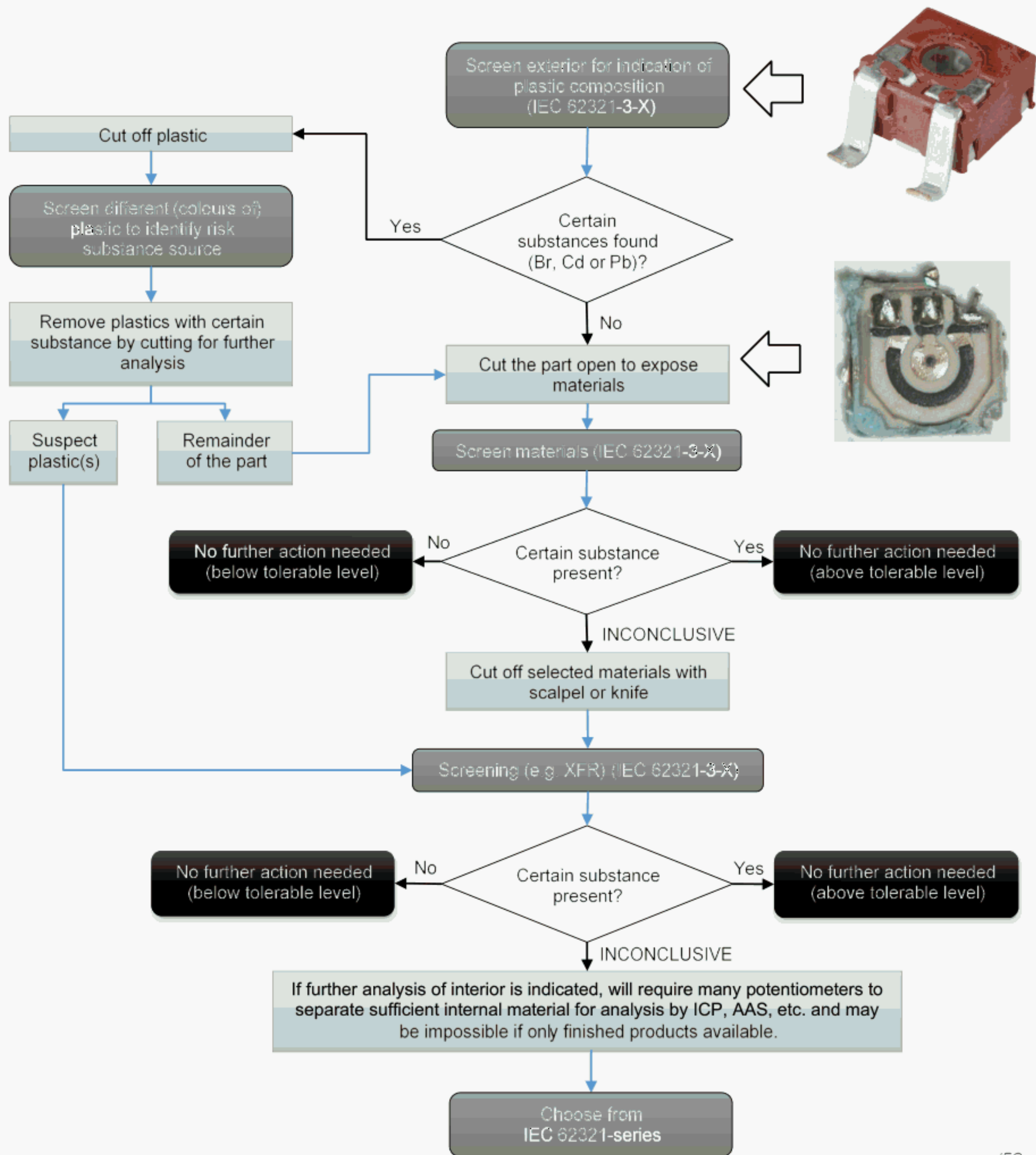


Figure A.5 – Sampling of desk fan



IEC

Figure A.6 – Sampling of parts – Thick film resistor



IEC

Figure A.7 – Sampling of parts – SMD potentiometer

Annex B (informative)

Probability of the presence of certain substances

Many electrotechnical products contain a large number of different types of materials and substances. Thus, having knowledge of the presence or absence of certain substances in the parts and materials of electrotechnical products would be advantageous for compliance verification, since it would allow for optimization of the sampling and analysis as described in Annex A. Having an understanding of the following can provide guidance in the correct sampling and testing approach:

- the function of a substance in a material set;
- the historical use of certain substances in a material;
- the chemical compatibility of a substance in its matrix material;
- the chemical transformations that occur during processing or manufacturing of a substance or material;
- other considerations.

Efficiencies are gained by eliminating testing for substances that are known to be absent in a particular material or part, for example PBB/PBDE flame retardants in metal parts, phthalate plasticizers in glass and ceramic. Materials and parts that have a higher probability for the presence of certain substances would generally require more frequent and extensive analysis.

Table B.1 and Table B.2 provide an overview of the typical materials and parts in electrotechnical products with their probability for the presence of certain substances. It provides an initial indication of the relevant areas for sampling. These tables are not intended to be exhaustive, since new materials are constantly being introduced as a result of technology and product innovations.

Table B.1 – Probability of the presence of certain substances in materials and parts used in electrotechnical products

Materials and parts	Certain substances ^a							Number of homogeneous materials ^b	Remarks
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	PBBs	PBDEs	Phthalate		
Mechanical parts									
Framework – metal	L	L	L	L	N/A	N/A	N/A	1	Unpainted and not chromated
Housing – plastic	L	L	L	L	L	M	L	1	
Power cord or cable	L	M	H	L	L	M	H	> 1	
Thick film sensor	L	M	M	L	L	L	L	> 1	
Heat sink	L	L	L	L	N/A	L	N/A	1	
Screw, washer, fastener – metal	L	M	M	H	N/A	L	N/A	1 and > 1	Some are coated, e.g. black and yellow chromate
Glass – CRT, lamp glass-to-metal seal	L	L	H	L	N/A	L	N/A	> 1	
Phosphorescent coating (e.g. CRT)	L	M	L	L	N/A	L	N/A	> 1	
Printed circuit board (PCB)									
LCD panel or screen	M	L	M	M	L	L	L	> 1	
Plasma panel or screen	M	L	M	M	L	L	L	> 1	

Materials and parts	Certain substances ^a							Number of homogeneous materials ^b	Remarks
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	PBBs	PBDEs	Phthalate		
Lamps, back light	H	L	H	M	N/A	N/A	N/A	> 1	
Magnetic head	L	L	M	M	N/A	N/A	N/A	> 1	
PCB substrate or laminate	L	L	L	L	L	N/A	L	> 1	
Connector	L	L	M	L	L	M	M	> 1	
Capacitor – electrolytic	L	L	M	L	L	M	H	> 1	Phthalates in plastic insulation or wrapping
Capacitor – chip-type	L	L	M	L	L	M	N/A	> 1	
Resistor – IMT-type	L	L	M	L	L	L	L	> 1	
Resistor – chip-type	L	M	M	L	L	L	N/A	> 1	
Diode	L	L	M	L	L	L	N/A	> 1	
Fuse	L	L	H	L	L	L	N/A	> 1	
Solder (process and hand soldering)	L	L	H	L	N/A	N/A	N/A	1	
Glue (red and white)	L	L	M	L	M	M	M	1	Used to fix parts
Component termination coating	L	M	M	L	N/A	N/A	N/A	1 and > 1	
Component mouldings	L	L	L	L	L	M	L	1 and > 1	
Integrated circuit (IC) and BGAs	L	L	M	L	L	L	L	> 1	
Relay – mercury	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Relay – electromagnetic	L	H	M	L	L	L	L	> 1	
Switch – mercury	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Switch – mechanical	M	M	M	L	L	L	L	> 1	
Thermostats	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Flame sensors	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Thermal imaging semiconductors	H	H	M	L	L	L	L	> 1	HgCdTe
Transformer (LOT)	L	L	M	L	L	M	M	> 1	Phthalates in insulation tape and/or insulating spacer (including adhesive)
Rectifier – diode	L	L	M	L	L	L	L	> 1	
Rectifier – mercury	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Rectifier – selenium	L	H	M	M	L	L	L	> 1	
Inductor	L	L	M	L	L	M	L	> 1	
LED	L	M	M	L	L	L	L	> 1	
OLED	L	L	L	L	L	L	L	> 1	
Accessories									
Remote controls	L	M	M	L	L	L	L	> 1	
External cable (e.g. SCART, USB, cinch)	L	M	M	L	L	L	H	> 1	

Materials and parts	Certain substances ^a							Number of homogeneous materials ^b	Remarks
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	PBBs	PBDEs	Phthalate		
External power supply	L	M	M	L	L	M	H	> 1	
Materials									
Paint, ink and similar coating	L	M	H	M	L	L	M	1	
Adhesive	L	L	L	L	L	L	M	1	
Polyurethane – high gloss	M	L	L	L	L	M	L	> 1	
Polyvinyl chloride (PVC)	L	M	H	M	L	M	H	1	
Styrene, polystyrene (PS-HI), ABS, polyethylene (PE), polyester	L	L	M	L	L	M	L	1	
Rubber	L	L	M	L	L	M	H	1	Used to fix and/or insulate parts, as sealing compound or sealing agent, too.
Plastics – other	L	M	M	L	L	M	M	1	
Colorants (all plastics) red, orange, yellow, pink, green	M	H	H	H	N/A	N/A	N/A	1	
Metal	L	M	H	H	N/A	N/A	N/A	1 and > 1	
Steel – other	L	L	L	H	N/A	N/A	N/A	1	
Steel – free-machining	L	L	H	L	N/A	N/A	N/A	1	
Copper alloy	L	H	H	L	N/A	N/A	N/A	1	
Aluminium alloy	L	L	H	L	N/A	N/A	N/A	1	
Metallic chromium plating	L	L	L	L	N/A	N/A	N/A	> 1	
Zinc coating	L	H	H	H	N/A	N/A	N/A	> 1	
Other metallic coatings	L	H	L	H	N/A	N/A	N/A	> 1	
Glass – other	L	M	H	M	N/A	N/A	N/A	U	
Ceramics	L	L	H	L	N/A	N/A	N/A	U	

This table should be used as guidance to assist in selecting parts or materials for testing that have a high probability of containing a certain substance. Not every part listed in this table requires testing and not every "high" probability substance is intended to be tested. See 4.4 for additional guidance on sampling strategy. It is very important to identify any applicable exemptions before beginning testing to ensure an accurate interpretation of the analytical results and avoid any unnecessary follow-up testing. The exemption lists can be found in the IEC62474 database [5], <http://std.iec.ch/iec62474>.

- ^a
- L Low probability – No historical use of the certain substance.
 - M Medium probability – Historical use of the certain substance, but alternative substances are currently used.
 - H High probability – Historical use of the certain substance for which there are no known alternatives, or alternatives are not commonly used.
 - N/A Not applicable.
- ^b
- 1 One homogeneous material.
 - > 1 Two or more homogeneous materials.
 - U Unknown.

Table B.2 – Probability of the presence of additional certain substances in polymeric materials

Polymeric materials	Certain substances			
	HBCDD	PAH	Phthalate	TCEP
Polypropylene (PP)	L	L	L	L
Polyethylene (PE)	L	L	L	L
High-impact polystyrene (HIPS)	M	L	L	L
Acrylonitrile butadiene styrene (ABS)	L	L	L	L
General-purpose polystyrene (GPPS)	L	L	L	L
Medium-impact polystyrene (MIPS)	L	L	L	L
Super-high-impact polystyrene (SHIPS)	L	L	L	L
Polyvinyl chloride (PVC)	L	L	H	M
Polyurethane (PU)	H	L	L	H
Polyester	L	L	L	H
Rubber	L	H	H	M
Polycarbonate (PC)	L	L	L	L
Nylon	L	L	M	L
Key L Low probability – No historical use of the certain substance. M Medium probability – Historical use of the certain substance, but alternative substances are currently used. H High probability – Historical use of the certain substance for which there are no known alternatives, or alternatives are not commonly used.				

Annex C (informative)

Composite testing and sampling

C.1 Introductory remarks

As discussed in 5.7.4, composite testing of a product made up of several different parts and/or material layers may be used as an effective screening technique. Under certain circumstances this technique can allow for a more efficient utilization of samples for cost savings by elimination of superfluous testing. There are two approaches that can be taken:

- a) calculating the maximum sample concentration based on the analytical detection limit of the method used;
- b) calculating the required analytical detection limit to ensure that a substance is below a certain concentration level in a sample.

The first approach estimates the amount of an analyte that could be present, but would not be detected because it was diluted below the detection limit as a result of compositing.

C.2 Calculated maximum concentration for a composite sample based on detection limit

This first example is based on the following assumptions:

- the part contains four different homogeneous materials (weighing a total of 18 mg);
- only the smallest contributor to the composite (material A) contains certain substances, lead (Pb) and cadmium (Cd);
- the method of chemical analysis on the composite sample has a detection limit of 20 mg/kg;
- for chemical analysis, the part is first ground to a powder (a homogeneous sample).

Results of "not detected" mean that up to 20 mg/kg of lead and cadmium could be present in the composite sample taken from the part. Based on the worst case (both lead and cadmium are present at 20 mg/kg), the maximum contamination or error of lead and cadmium is calculated (see Table C.1). For the maximum levels of 20 mg/kg for both lead and cadmium in the composite sample, homogeneous material A may contain up to 360 mg/kg lead and cadmium. For lead, this is below the allowable limit of 1 000 mg/kg. However, for cadmium the maximum allowable limit of 100 mg/kg may be exceeded.

The conclusion for this composite sample is that further analysis is needed for cadmium to determine if it meets the requirements.

NOTE Composite testing is only a screening method.

Table C.1 – Calculated maximum concentration for a composite sample based on detection limit

Material	Weight mg	Percent of total weight of composite sample %	Maximum Pb content (for 20 mg/kg detection limit) mg/kg	Maximum Cd content (for 20 mg/kg detection limit) mg/kg
A	1	6	360	360
B	4	22	0	0
C	5	28	0	0
D	8	44	0	0
Total (composite)	18	100	N/A	N/A
Mean (composite)	N/A	N/A	20	20

In the second approach, the required detection limit is calculated to ensure that no particular substance is present above a certain level.

When a substance is detectable for a composite sample, the concentration of the substance contained in the homogeneous material A can be calculated as follows:

$$C_A = \frac{MDL \times m_C}{m_A}$$

where

- C_A is the concentration of a substance contained in the material A (mg/kg);
- MDL is the detection limit of the method of chemical analysis on the composite sample;
- m_C is the weight of the composite sample (mg);
- m_A is the weight of the material A (mg).

C.3 Required detection limit for a composite sample based on the maximum allowable concentration

This second example (see Table C.2) is based on the following assumptions:

- contamination of the same composite sample used in the example given in Clause C.2 with 1 000 mg/kg lead (Pb) and 100 mg/kg cadmium (Cd).

To verify these levels of lead and cadmium by chemical analysis would require a method with a detection limit of 50 mg/kg for lead and 5 mg/kg of cadmium, as illustrated in Table C.2.

Table C.2 – Required detection limit for a composite sample based on the maximum allowable concentration

Material	Weight mg	Percent of total weight of composite sample %	Pb content mg/kg	Cd content mg/kg
A	1	6	1 000	100
B	4	22	0	0
C	5	28	0	0
D	8	44	0	0
Total (composite)	18	100	N/A	N/A
Mean (composite)	N/A	N/A	56	5,6
Required detection limit/ mg/kg	N/A	N/A	56	5,6

The required detection limit for a composite sample can be calculated as follows:

$$MDL = \frac{C_L \times m_A}{m_C}$$

where

MDL is the required detection limit for the composite sample (mg/kg);

C_L is the maximum allowable concentration of a substance contained in the material A;

m_A is the weight of the material A (mg);

m_C is the weight of the composite sample (mg).

Further, it is important to keep in mind that both the detection limits of analytical methods and the concentrations of certain substances have a margin of error and the presence of certain substances can vary within a homogeneous material (see IEC 62321-3-1 and IEC 62321-3-2). Therefore it is advisable to include a margin of safety when applying this concept.

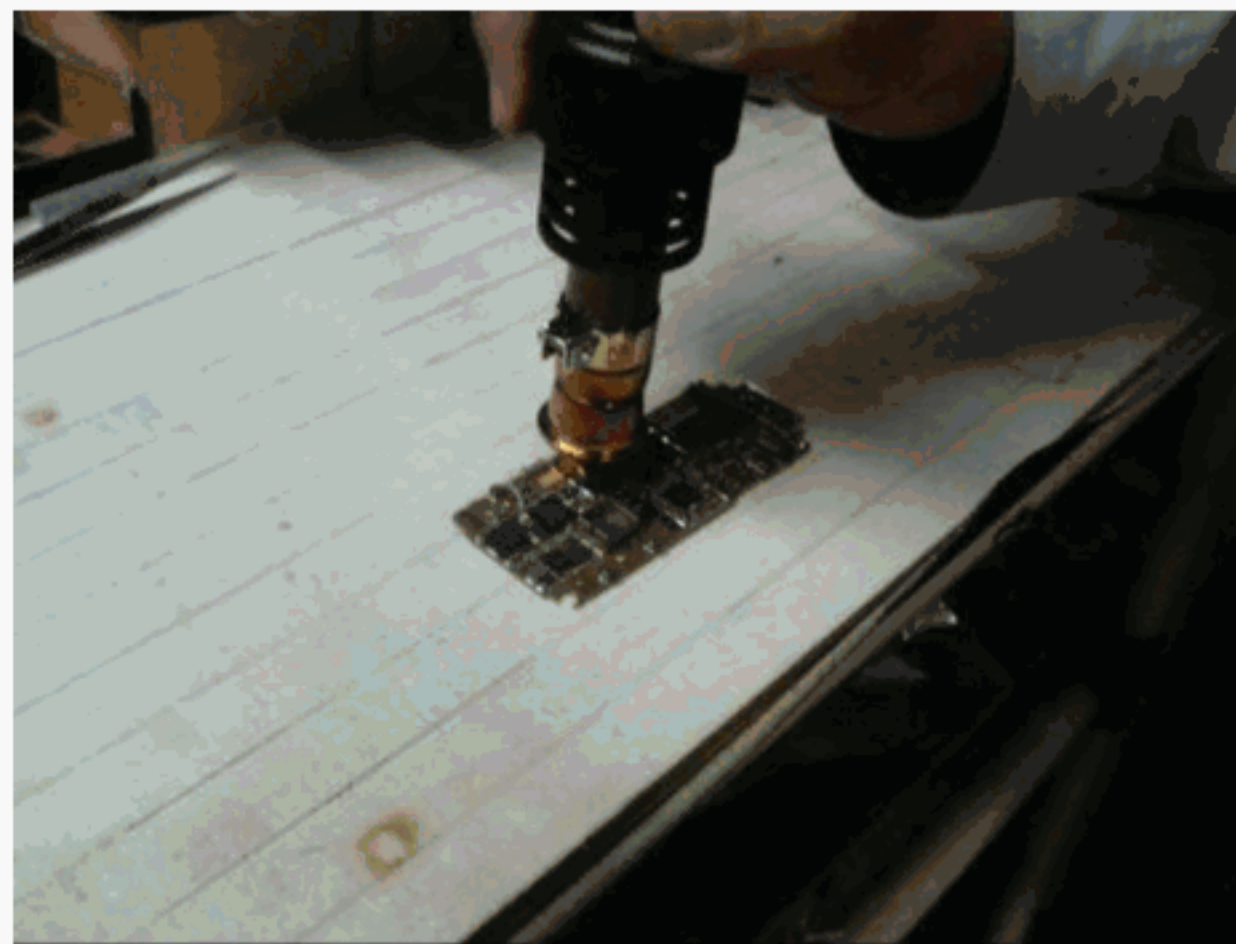
Annex D (informative)

Tools used in sampling

Commonly used tools for sampling by disassembly and disjointment tools are as follows:

- soldering iron
- screw driver (electrical)
- cable stripper
- knife/scalpel
- shears
- wrenches (open ended/ring)
- hammer
- drill/electrodrill
- solder wick, i.e. wire that sucks up molten solder
- allen-keys
- end-cut pliers
- pliers
- hand saw
- tweezers
- vacuum pin
- hot gas gun

Use of a hot gas gun (Figure D.1) and vacuum pin (Figure D.2) are shown below.



IEC

Figure D.1 – Hot gas gun for removing electronic parts



IEC

Figure D.2 – Vacuum pin to remove target electronic devices

Annex E (informative)

Examples of mobile phone disassembly and disjointment

E.1 General

The mobile phone is a compact and complex product containing a large number of small parts. Therefore, it offers a good example of how sampling strategies can be developed for other electrotechnical products.

This annex provides the following examples:

- partial disassembly without tools – mobile phone type A;
- partial disassembly with simple tools – mobile phone type B;
- complete disassembly – mobile phone type B;
- partial disjointment – mobile phone type B;
- complete disjointment – examples of disjointment of small electronic parts;
- complete disjointment of integrated circuit lead frame package;
- complete disjointment of ball grid array (BGA) package.

E.2 Partial disassembly without tools – Mobile phone type A



IEC

Figure E.1 – Mobile phone type A with battery charger and camera lens cap

This mobile phone (Figure E.1) offers limited opportunities for analysis as a complete product. The charger includes at least six individual areas that are made of different materials, and is screened without disassembly. The phone back cover is removed and the phone battery taken out. As the back cover is metallized on the outside, it is analysed (screening) on both sides. This partial disassembly of the mobile phone is the limit of disassembly without the use of tools, as shown in Figure E.2 and listed in Table E.1.

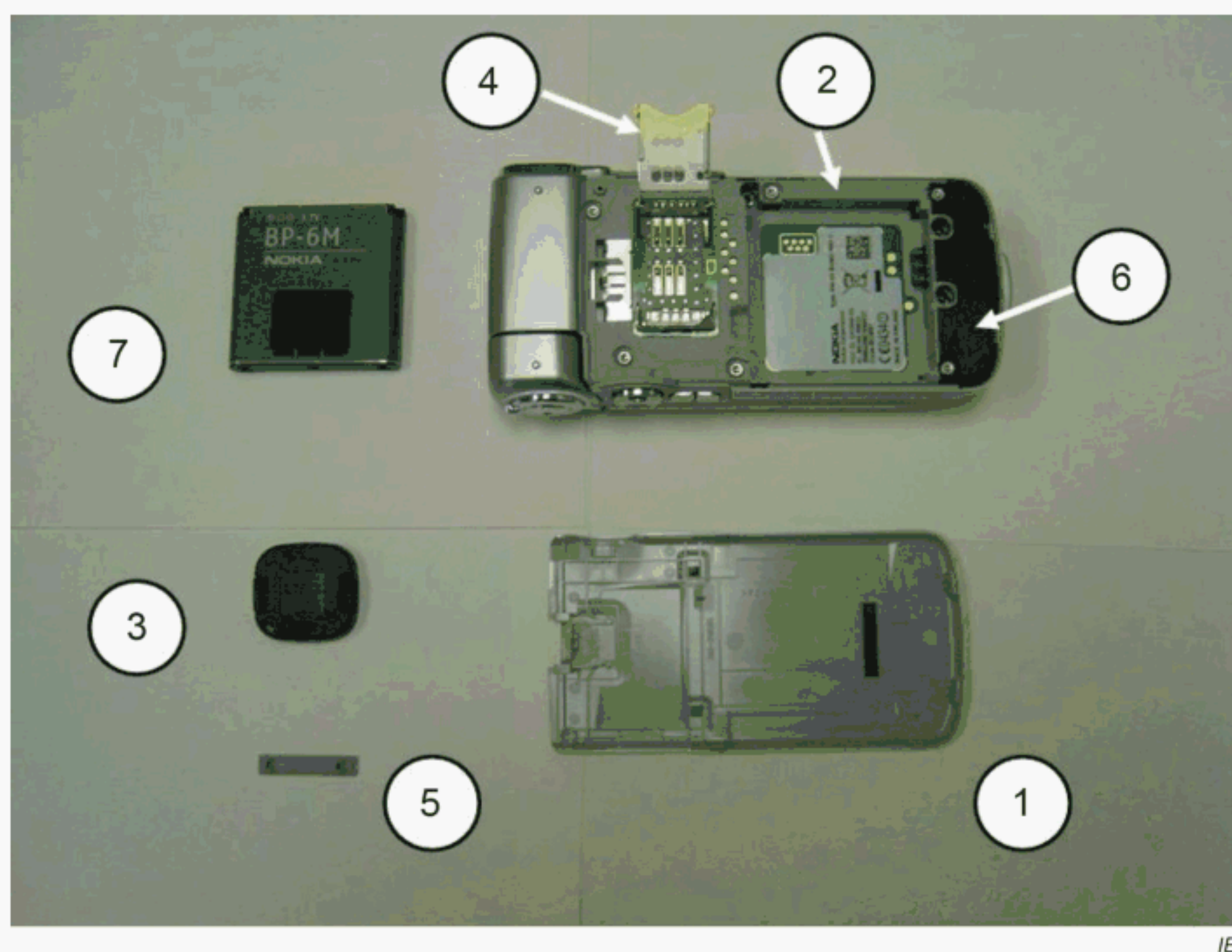


Figure E.2 – Mobile phone type A with battery and back cover removed

Table E.1 – Possible certain substances or screening substances from a mobile phone (type A)

Sample number	Product parts	Materials	Probability of presence ^a	Elements related to certain substances ^b	Options for further analysis
1	Plastic back cover	Polymer	Moderate	Pb, Br	See 4.3
2	Plastic housing of the phone	Polymer	Moderate	Pb, Br	See 4.3
3	Plastic cover for lens	Polymer	Moderate	Pb	See 4.3
4	Metal clip for SIM card	Polymer	Low	Cr, Cd	See 4.3
5	ComPort cover	Polymer	Moderate	Pb, Br	See 4.3
6	Plastic part in body	Polymer	Moderate	Pb, Br	See 4.3
7	Battery	Complex	High?	(Cd, Pb, Hg)	See 4.3
The samples marked in Figure E.2 can be screened directly. Subclause 5.7 shows considerations for further actions.					
^a Probability of the presence indicates the likelihood of finding the listed certain substances.					
^b Presence of Br (bromine) could indicate the use of a certain brominated flame retardant.					

E.3 Partial disassembly with simple tools – Mobile phone type B

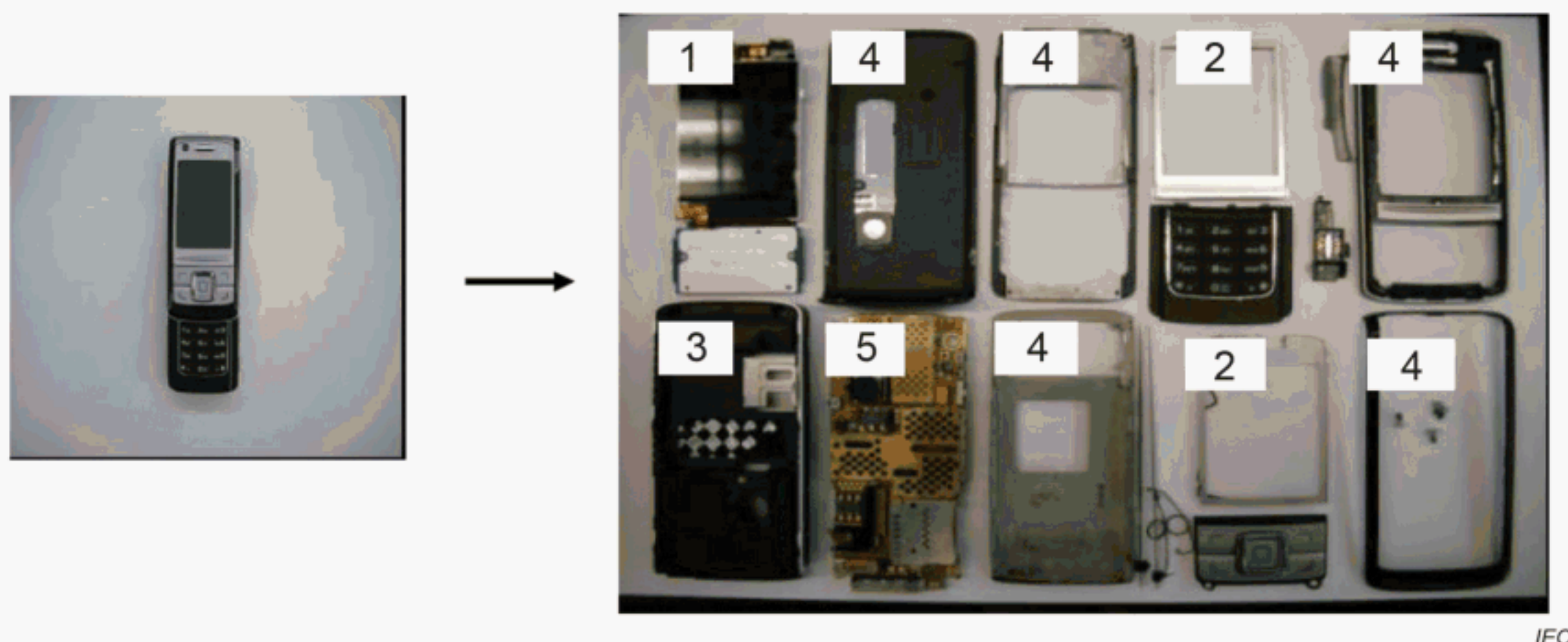


Figure E.3 – Partial disassembly of a mobile phone (type B) into its major parts

In this example, another mobile phone undergoes partial disassembly using only simple tools such as screwdrivers. Note that after disassembly the parts of the phone can be easily put back together and the mobile phone will be functional.

The major parts can first be separated as shown in Figure E.3. The parts shown are the TFT display, keypad, bottom housing, main PCB, housing /frame, etc. as listed in Table E.2.

Table E.2 – Possible certain substances in major parts of the mobile phone (type B)

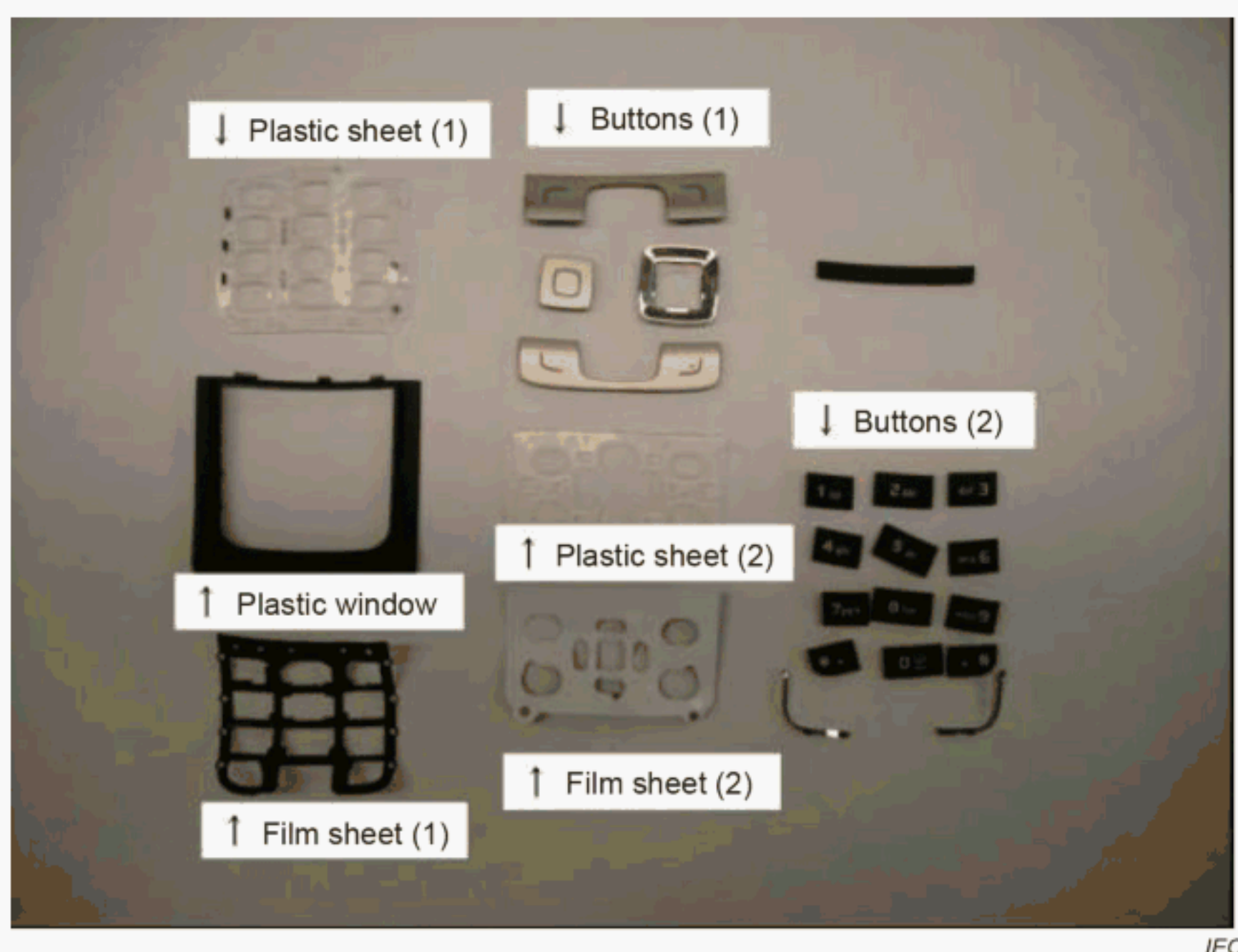
Sample number	Product parts	Materials	Probability of presence ^a	Elements related to certain substances ^b	Options for further analysis
1	TFT display	Polymer/glass/metal	Moderate	Pb	After further disassembly or disjointment
2	Key pad	Polymer	High	Cd, Hg	Needs further disassembly
3	Bottom housing	Polymer	High	Cd, Br	Yes
4	Other housing or frame	Polymer	High	Cd, Br	Yes
5	Main PCBs	Many different (fibre glass, copper)	High	Pb, Br, Hg	After further disassembly or disjointment
^a Probability of the presence indicates the likelihood of finding the listed certain substances (see Table B.1).					
^b Presence of Br (bromine) could indicate the usage of a certain brominated flame retardant.					

Not all parts of the mobile phone separated after this partial disassembly are suitable for direct analysis. The TFT display and PCB are complex structures, containing many different materials. Their construction and size make it difficult to analyse the materials without further disassembly or disjointment steps, regardless of the analytical method used. However, if the first step in the analysis is XRF screening, the elements present relating to certain substances within these complex assemblies can still be detected (see IEC 62321-3-1). A decision then has to be made as to the need for confirmatory testing. Samples 3 and 4 appear to be homogeneous materials for testing directly with XRF in the first instance. Sample 2, the keyboard can be screened at this stage to decide whether further disassembly is required.

E.4 Complete disassembly – Mobile phone type B

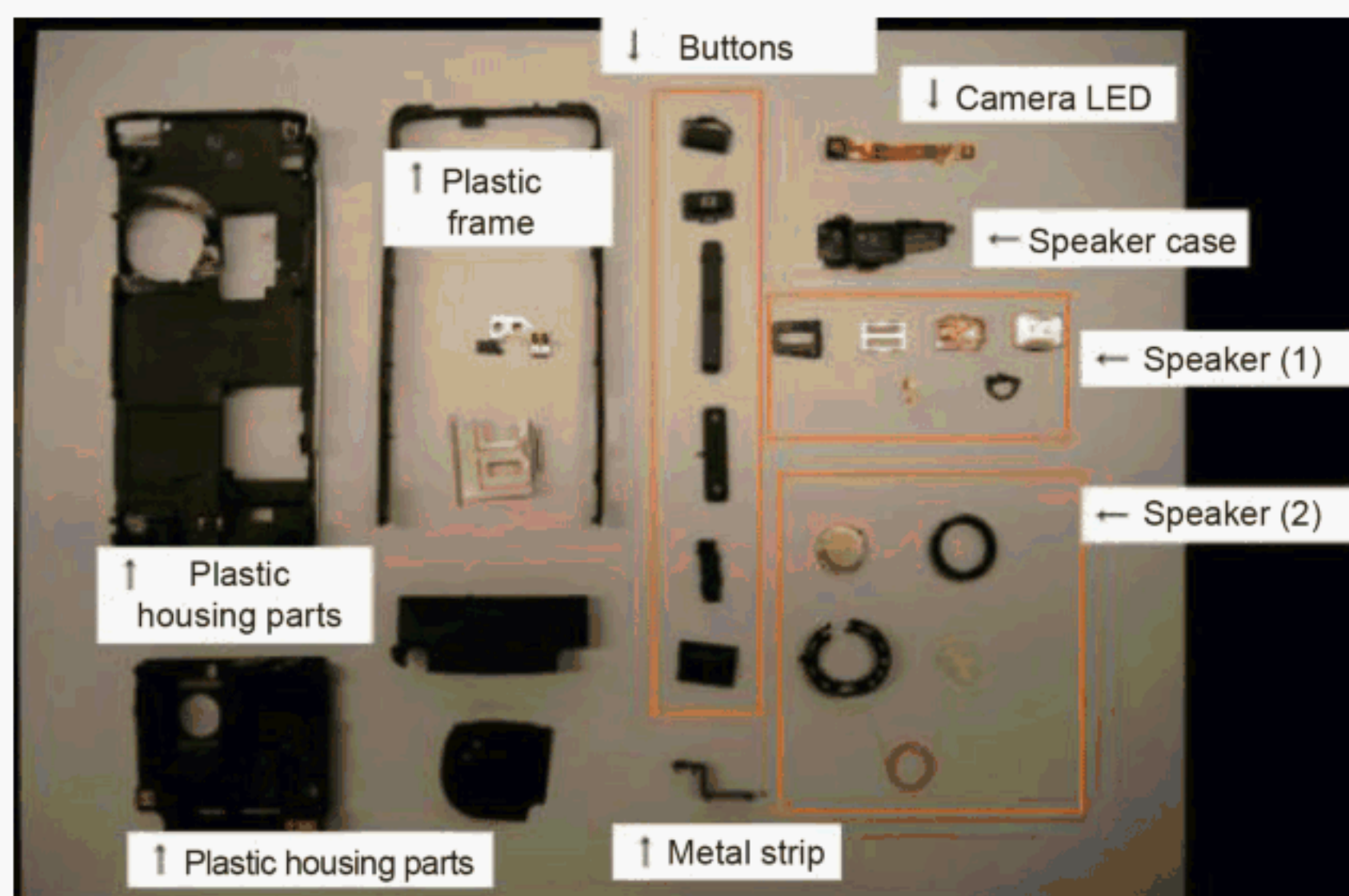
As illustrated in Clauses E.2 and E.3, very few parts of the mobile phone are simple enough in construction and composition for meaningful direct analysis. Almost all parts require further disassembly, or even disjointment which would render them non-functional.

Clause E.6 describes the complete disassembly of the mobile phone type B. Figure E.5 and Figure E.6 show the disassembly process of the key pad (Figure E.4), bottom housing (Figure E.5) and the other housing or frame materials (Figure E.6). These parts of the mobile phone can be disassembled with commonly used tools (see Annex D) to obtain almost single materials such as plastics or metals. Again, sample selection can be based on the probability of the presence of certain substances guidance given in Table B.1 and Table B.2.



IEC

Figure E.4 – Complete disassembly of key pad



IEC

Figure E.5 – Complete disassembly of bottom housing

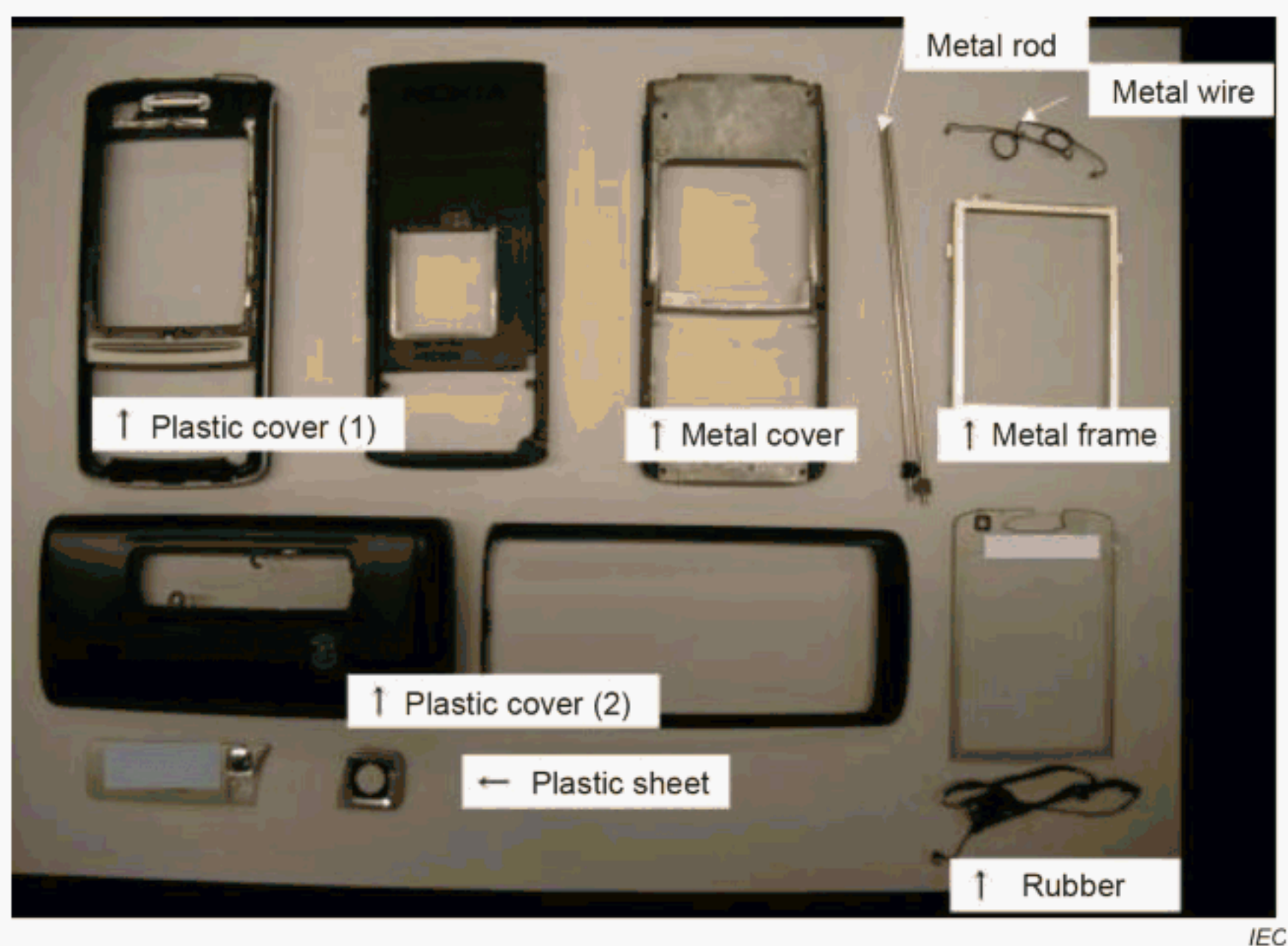


Figure E.6 – Complete disassembly of other housing or frame

E.5 Partial disjointment – Mobile phone type B

Figure E.7 shows the partial disjointment of the TFT display of the type B mobile phone (previously disassembled in Clauses E.3 and E.4). Separation of certain parts of the display such as casing, insulation and filter is only achievable destructively (disjointment). Similarly, partial disjointment of the main PCB of this mobile phone into its parts is shown in Figure E.8. The tools required for this disjointment were screwdrivers, a soldering iron and small knife (see Annex D for other tools).

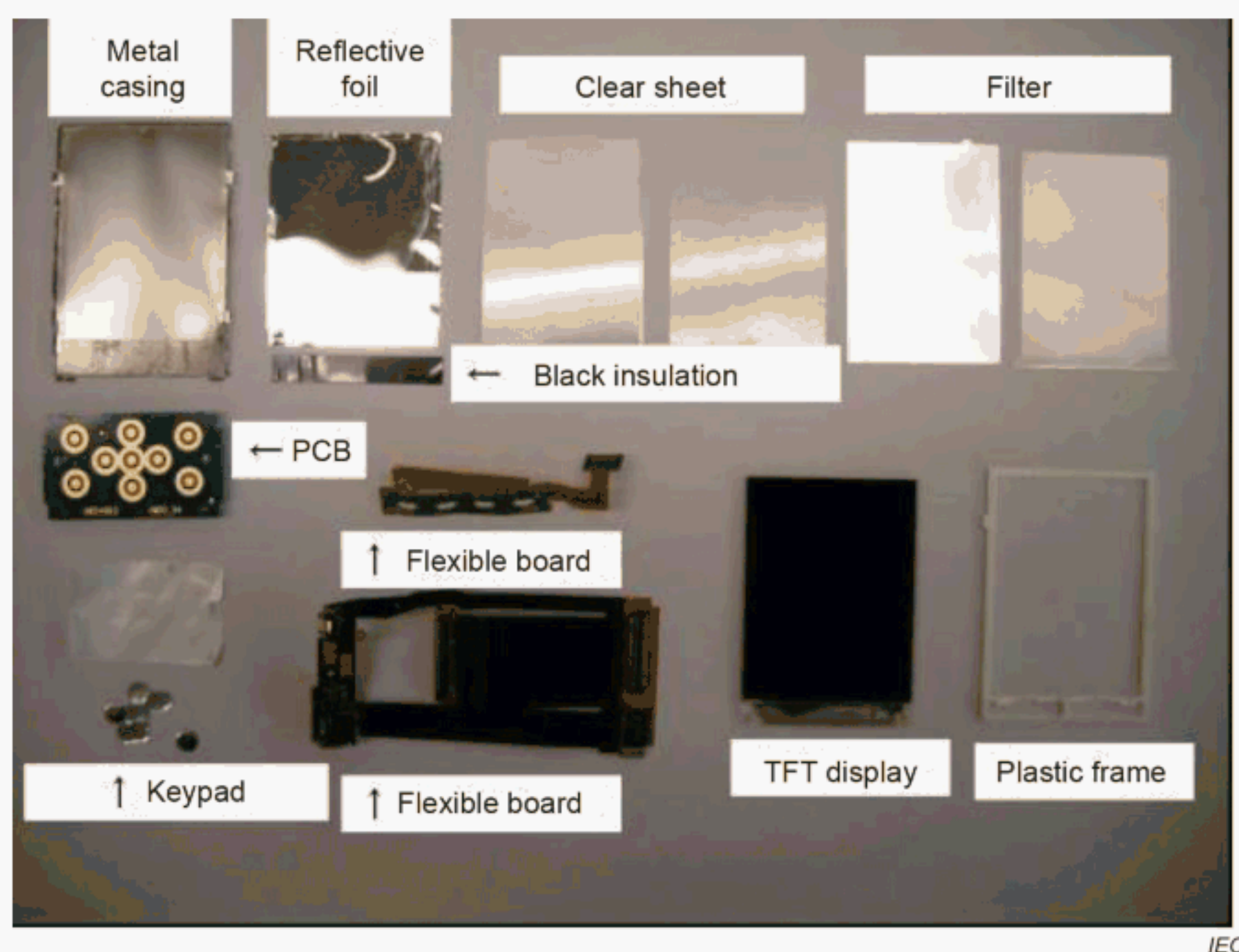


Figure E.7 – Parts of the TFT display of the mobile phone (type B) after partial disjointment

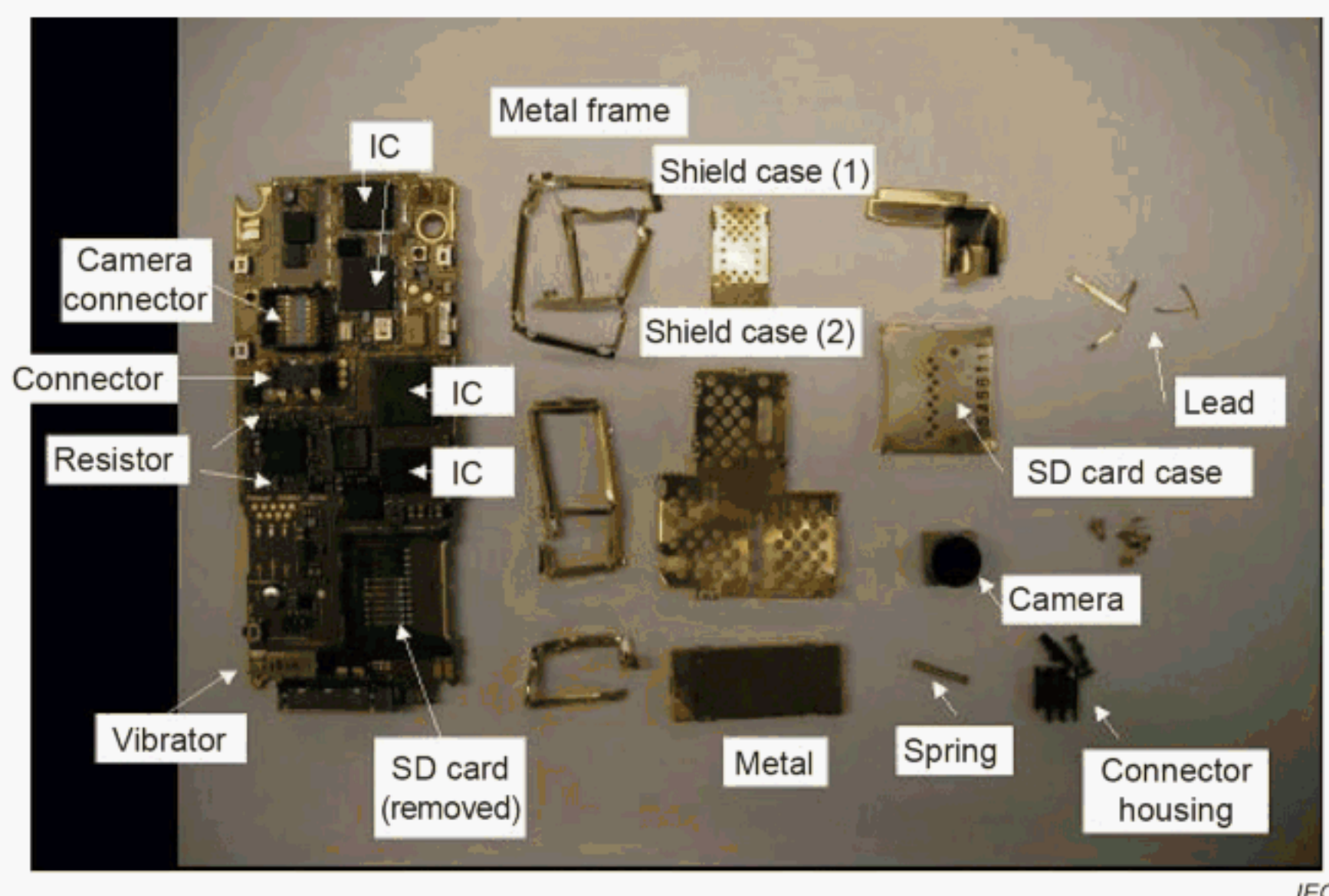


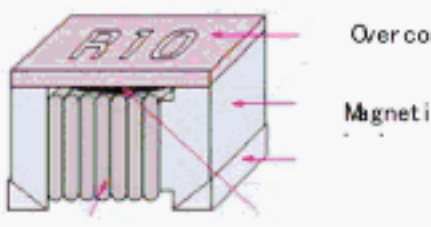
Figure E.8 – Parts of the main PCB of the mobile phone (type B) after partial disjointment

E.6 Complete disjointment – Examples of disjointment of small electronic parts

Table E.3 provides examples of the structure and materials of typical small electronic parts used in electrotechnical products. These parts can be obtained from the supplier, after disassembly from the PCB, or other equivalent sources. Materials can be sampled from the part using appropriate tools (see Annex D) while focusing on those materials with the highest probability of the presence of certain substances (see Table B.1 and Table B.2).

The examples in Table E.3 reflect the current and historical use of parts (for example, BGA integrated circuits were not in use some years ago). Clearly, even apparently simple parts, such as through-hole resistors, may contain many different materials. This underlines the need for careful planning and the development of an individual sampling strategy for each part.

Table E.3 – Examples of disjointment for typical small electronic parts

Assemblies and components		Structure	Sampling point	Possible hazardous materials	Possible exemption part	Sampling procedure for IEC 62321 Test Method Analysis	Sampling Considerations or Limitations
Resistor	IMD-type 		Lead	Pb		Cutting lead	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Overcoat	Pb, Cr6+		Scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Colour code (ink)	Pb, Cr6+		No practical mechanical disjointment method	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
			Resistor	Pb	Resistor: Pb (glass)	No practical mechanical disjointment method	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
	SMD-type 		Electrode	Pb		No practical mechanical disjointment method	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
			Protection film	Pb	Protection film: Pb (glass)	No practical mechanical disjointment method	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
Capacitor	Electrolyte 		Lead	Pb		cutting lead	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Sleeve (PVC)	Pb		Scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Ink	Pb, Cr6+		No practical mechanical disjointment method	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
	Chip-type 		Solder	Pb		No practical mechanical disjointment method	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
			Ink	Pb, Cr6+		No practical mechanical disjointment method	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
IC Chips	leadframe-type 		Lead-frame	Pb		Cutting Lead	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
			Ink	Pb, Cr6+		No practical mechanical disjointment method	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
	BGA type 		Solder Ball	Pb	Solder: Pb (high melting temperature type)	No practical mechanical disjointment method	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
Molded Connectors			Housing	PBB/ PBDE		Cutting or scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Fasting Nail	Pb		No practical mechanical disjointment method	cross-contamination, # of samples to get adequate sample size, sample prep time
			Contact	Pb		Cutting or scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
Coil			Electrode	Pb	Magnetic body: Pb (ceramics)	Cutting or scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Overcoat	Pb, Cr6+, Cd		Scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
Flexible board			Surface treatment	Pb		Scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
Relays			Case cover	Pb, Cr6+, Cd		Cutting	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Armature	Pb		Scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Fixed contact (Surface)	Pb		Cutting or scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Terminal	Pb		Cutting or scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Body	Pb, Cr6+, Cd		Scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Fixed contact	Cd		Cutting or scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time
			Movable contact	Cd		Cutting or scraping	# samples to get adequate sample mass; sample prep time

E.7 Complete disjointment of integrated circuit lead frame package

In this example, an integrated circuit lead frame package is disjointed, in which lead (Pb) is likely to be present in the tin (Sn) plated termination coating.

Step 1 – Metal leads disjointment from integrated circuit lead frame package

Leads are disjointed from the package (Figure E.9a)) by cutting off those metal parts which extend beyond the rest of the package. In this case, the leads removal procedure takes 2 h for 36 individual packages and provides 1,2 g of metal sample.

During cutting of the leads, if the samples are not taken too close to the package body, then the lead sample collected will not be contaminated with other materials. Considerable preparation time and number of samples are needed to obtain enough mass for the analysis of the lead frame. Such an analysis is perhaps only practical in some laboratories. Figure E.9b) shows the lead sample after disjointment.

Step 2 – Package disjointment

Figure E.9c) shows the package after disjointment. This assumes that the disjointment is accomplished in a manner that does not cause cross-contamination with other material layers.

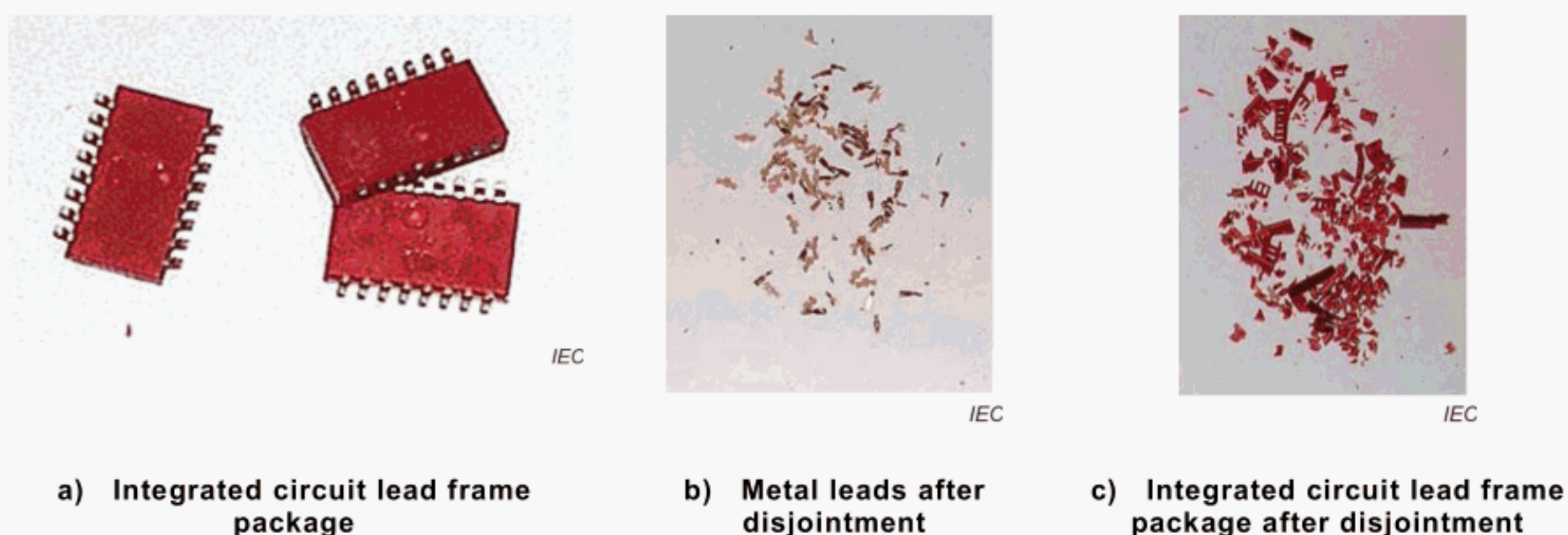


Figure E.9 – Disjointment of lead frame

E.8 Complete disjointment of ball grid array (BGA) package

E.8.1 General

A typical ball grid array (BGA) package is made up of several different material layers: substrate, underfill, silicon die, C4 solder bumps, solder paste and solder balls. Figure E.10 shows an example of BGA package prior to disjointment.

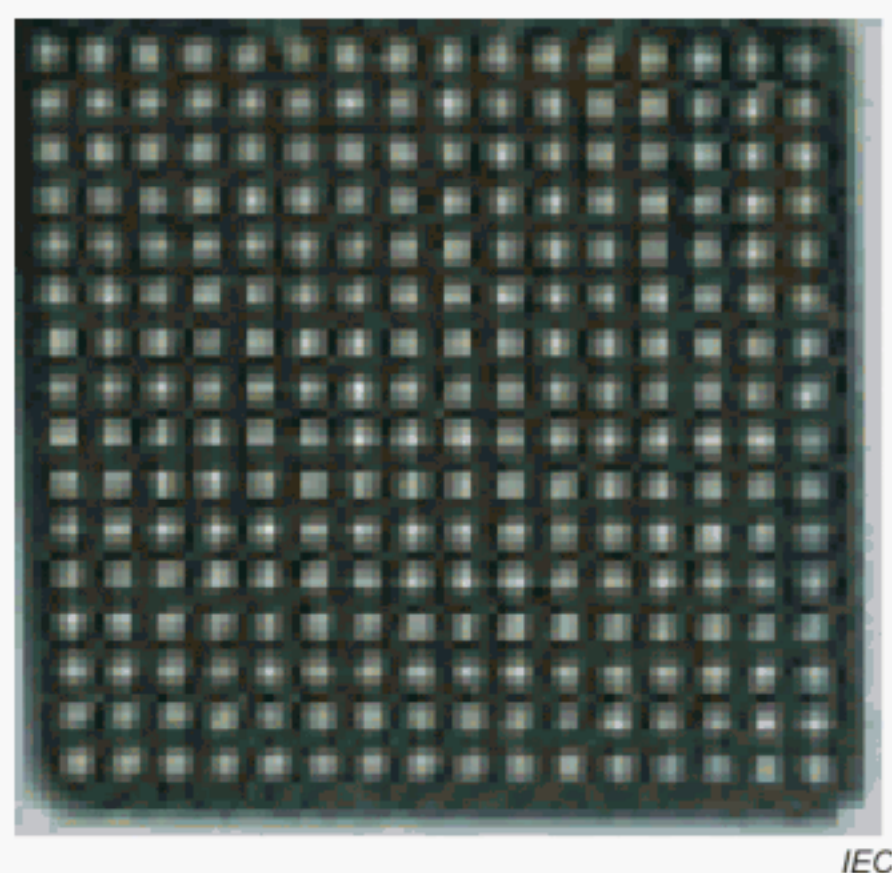


Figure E.10 – BGA package prior to disjointment

E.8.2 Solder ball removal from BGA package – Hand removal procedure

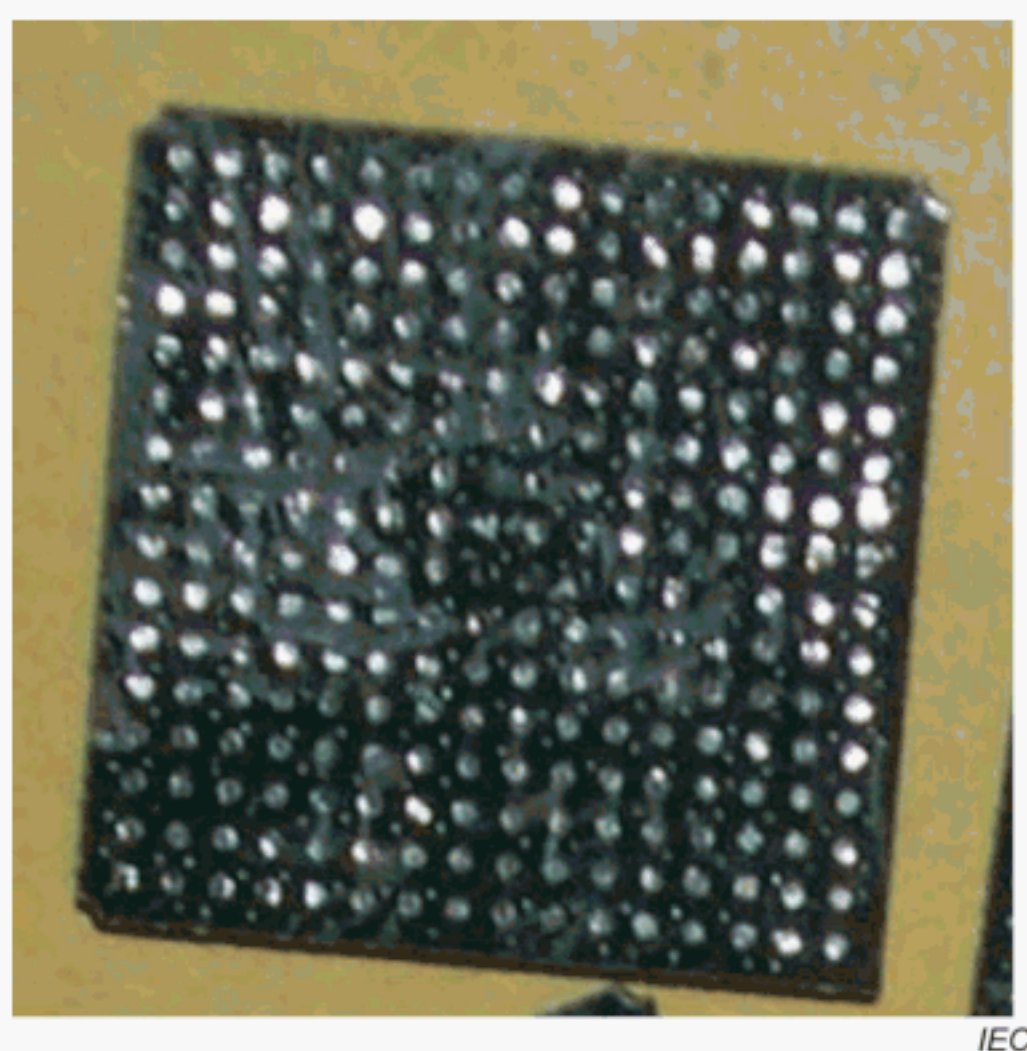


Figure E.11 – BGA package disjunct by hand removal procedure

The solder balls seen in Figure E.10 and Figure E.11 are disjunct from the BGA package by a hand removal procedure using a sharp utensil, to shave or cut the solder balls away from the substrate. While care is taken not to include any substrate, flux or solder paste with the detached balls of solder, there is inconsistency in the solder ball collection using this method. Some solder balls can only be cut away, while others simply "pop" out of the package instead of being cut or scraped away. As can be seen in Figure E.11 the balls of solder do not disjunct from the package in a manner that guarantees only solder ball material is collected.

Using the hand removal procedure requires 2 h to remove the solder balls from 15 BGAs. The mass of solder ball material collected is only 1,5 g and contains some flux, solder paste and substrate materials. Thus, 45 BGAs and 6 h work would be required to collect the required minimum sample mass of 4,4 g, per 5.7.1.

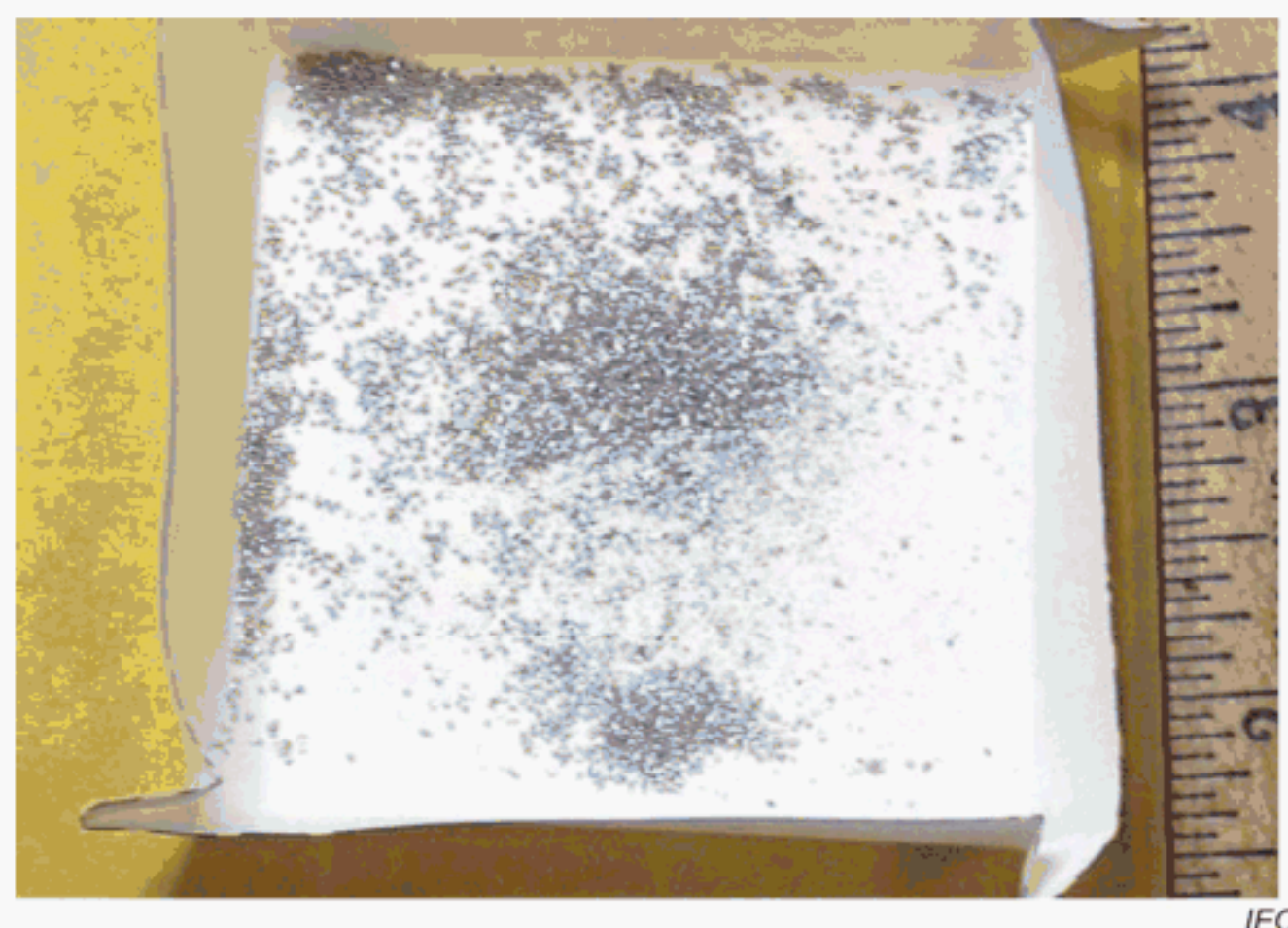


Figure E.12 – Solder ball material collected from BGA using hand removal procedure

Figure E.12 shows the collected solder ball material. However, the sample collected using this hand removal procedure cannot be considered as a homogeneous solder ball material as it contains other materials (such as flux, fragments of substrate) collected during the disjointment procedure.

E.8.3 Solder ball removal from BGA package – Solder ball shear procedure

Since the hand removal procedure is not able to provide a homogeneous solder ball sample, another solder ball removal technique is required, namely the shear strength test of IEC 62137-1-2 [6] or the solder ball shear procedure of JEDEC JESD22-B117 [7]. Although this JEDEC standard was not developed for removing solder balls for material analysis, it is an industry procedure used by some companies in their quality assurance/quality control (QA/QC) laboratories.

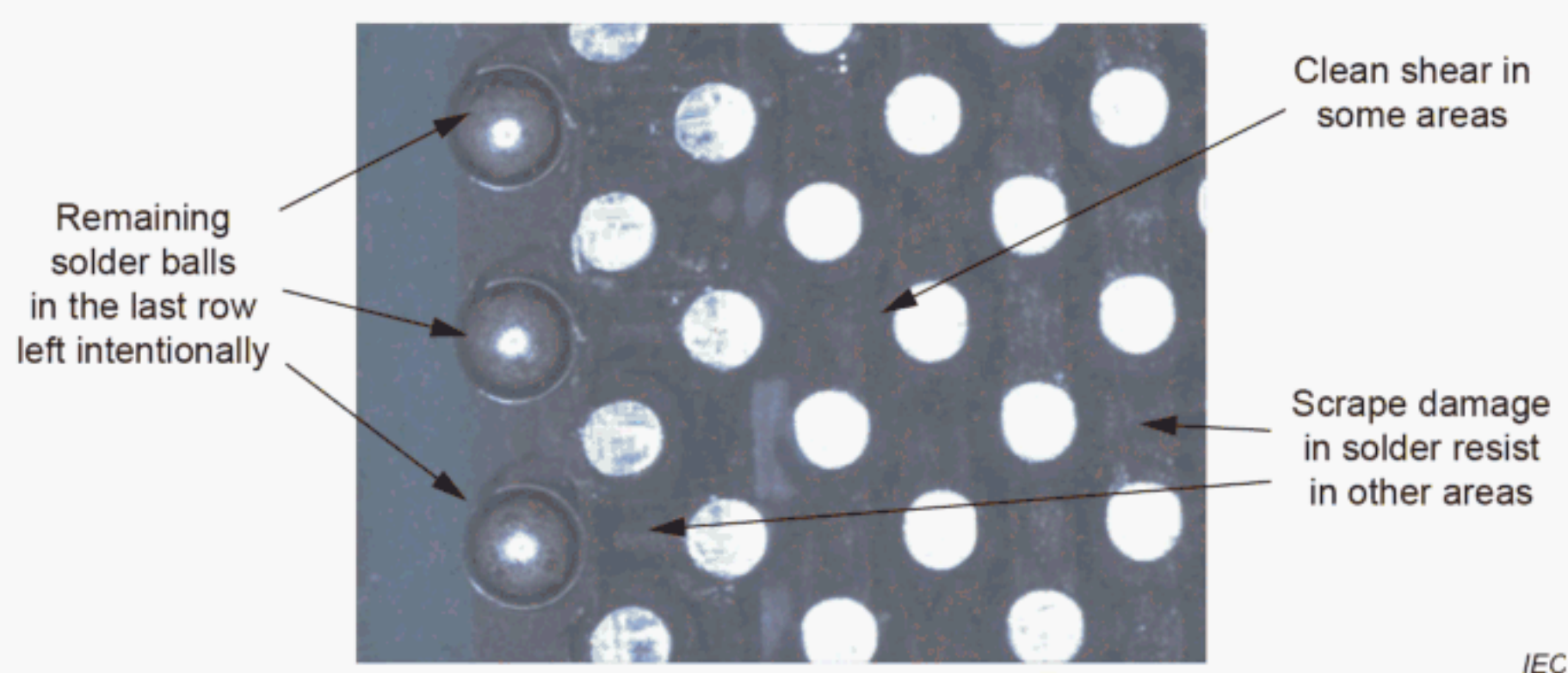


Figure E.13 – BGA solder ball removal using ball shear procedure

Once again, to obtain enough sample mass for analysis, 45 BGAs are required, which means 6 h for sample preparation, under optimum conditions.

As can be seen in Figure E.13 above, the ball shear method also creates contamination through the scraping of solder resist along with the solder ball material in some areas or lifting of the substrate. Nevertheless, the amount of contamination using the ball shear procedure is significantly less than that from the hand removal procedure. However, contamination remains unavoidable and the time required to yield a significant amount of sample renders this approach impractical.

Bibliography

- [1] IEC 62554:2011, *Sample preparation for measurement of mercury level in fluorescent lamps*
- [2] IEC Guide 108, *Guidelines for ensuring the coherence of IEC publications – Horizontal functions, horizontal publications and their application*
- [3] Directive 2011/65/EU of the European Parliament and of the Council of 8 June 2011 *on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment*
- [4] IEC 63000:2016, *Technical documentation for the assessment of electrical and electronic products with respect to the restriction of hazardous substances*
- [5] IEC 62474 DB, *Material declaration for products of and for the electrotechnical industry (available at <http://std.iec.ch/iec62474>)*
- [6] IEC 62137-1-2:2007, *Surface mounting technology – Environmental and endurance test methods for surface mount solder joint – Part 1-2: Shear strength test*
- [7] JEDEC JESD22- B117, *Solder ball shear procedure*

Other references (not cited in the text)

- [8] ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)*
 - [9] IEC 62239-1:2018, *Process management for avionics – Management plan – Part 1: Preparation and maintenance of an electronic components management plan*
-

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	55
INTRODUCTION	57
1 Domaine d'application	58
2 Références normatives	58
3 Termes, définitions et termes abrégés	59
3.1 Termes et définitions	59
3.2 Termes abrégés	59
4 Présentation de l'échantillonnage	60
4.1 Remarques préliminaires	60
4.2 Exigences relatives à certaines substances	61
4.3 Complexité des produits électrotechniques et défis associés	61
4.4 Procédure d'échantillonnage	62
4.5 Domaine d'application de l'analyse	63
4.6 Objet de l'analyse	64
4.7 Stratégie d'essai	65
5 Plan d'échantillonnage	65
5.1 Remarques préliminaires	65
5.2 Échantillonnage d'un produit fini	66
5.3 Démontage partiel	67
5.4 Démontage complet	67
5.5 Défabrication partielle	67
5.6 Défabrication complète	67
5.7 Considérations relatives à l'échantillon d'essai	68
5.7.1 Remarques préliminaires	68
5.7.2 Taille d'échantillon exigée	68
5.7.3 Taille d'échantillon en fonction de la limite de détection	69
5.7.4 Considérations relatives aux échantillons composites	70
5.7.5 "Matériaux homogènes" non uniformes	71
5.7.6 Détermination de l'échantillonnage des matériaux homogènes à partir de positions diverses	72
6 Conclusions et recommandations pour l'échantillonnage	72
7 Préparation mécanique de l'échantillon	73
7.1 Présentation	73
7.1.1 Champ d'application	73
7.1.2 Assurance qualité	74
7.2 Appareillage, équipements et matériaux	74
7.3 Procédure	75
7.3.1 Généralités	75
7.3.2 Coupe manuelle	75
7.3.3 Broyage ou meulage primaire	75
7.3.4 Homogénéisation	75
7.3.5 Broyage ou meulage fin	75
7.3.6 Broyage très fin des polymères et matières organiques	76
Annexe A (informative) Exemples de procédures d'échantillonnage et de défabrication	77
Annexe B (informative) Probabilité de présence de certaines substances	85
Annexe C (informative) Essai composite et échantillonnage	89

C.1	Remarques préliminaires	89
C.2	Concentration maximale calculée pour un échantillon composite, fondée sur la limite de détection	89
C.3	Limite de détection exigée pour un échantillon composite fondée sur la concentration admissible maximale	90
Annexe D (informative) Outils utilisés pour l'échantillonnage		92
Annexe E (informative) Exemples de démontage et de défabrication d'un téléphone portable		94
E.1	Généralités	94
E.2	Démontage partiel sans outils – Téléphone portable type A	94
E.3	Démontage partiel avec outils simples – Téléphone portable type B	96
E.4	Démontage complet – Téléphone portable type B	97
E.5	Défabrication partielle – Téléphone portable type B	98
E.6	Défabrication complète – Exemples de défabrication de petites pièces électroniques	99
E.7	Défabrication complète d'un boîtier de circuit intégré à grille de conducteurs;	101
E.8	Défabrication complète d'un boîtier à billes (BGA).	102
E.8.1	Généralités	102
E.8.2	Retrait des billes de soudure du boîtier BGA – Procédure de retrait manuel	103
E.8.3	Retrait des billes de soudure du boîtier BGA – Procédure de cisaillement des billes de soudure	104
Bibliographie		105
Figure 1 – Procédure itérative générique pour l'échantillonnage		63
Figure 2 – Section transversale d'une résistance à base d'oxyde de plomb d'une largeur de 900 µm (CMS)		72
Figure A.1 – Méthodologie d'échantillonnage et de défabrication		78
Figure A.2 – Échantillonnage d'un lecteur de DVD		79
Figure A.3 – Échantillonnage d'un téléviseur à LCD		80
Figure A.4 – Échantillonnage d'un PDA		81
Figure A.5 – Échantillonnage d'un ventilateur de bureau		82
Figure A.6 – Échantillonnage de composants – Résistance à couche épaisse		83
Figure A.7 – Échantillonnage de pièces – Potentiomètre CMS		84
Figure D.1 – Pistolet à gaz chaud pour enlever les pièces électroniques		92
Figure D.2 – Tige d'aspiration pour enlever les dispositifs électroniques cibles		93
Figure E.1 – Téléphone portable type A avec chargeur de batterie et couvre-objectif d'appareil photographique		94
Figure E.2 – Téléphone portable type A avec batterie et capot arrière enlevés		95
Figure E.3 – Démontage partiel d'un téléphone portable (type B) en ses pièces principales		96
Figure E.4 – Démontage complet du clavier		97
Figure E.5 – Démontage complet du boîtier de fond		98
Figure E.6 – Démontage complet de l'autre boîtier ou châssis		98
Figure E.7 – Pièces de l'écran TFT du téléphone portable (type B) après défabrication partielle		99
Figure E.8 – Pièces de la CCI principale du téléphone portable (type B) après défabrication partielle		99

Figure E.9 – Défabrication d'un composant à grille de connexions	102
Figure E.10 – Boîtier BGA avant défabrication	102
Figure E.11 – Boîtier BGA défabriqué par la procédure de retrait manuel	103
Figure E.12 – Matériau de bille de soudure recueilli à partir d'un BGA en utilisant une procédure de retrait manuel	103
Figure E.13 – Retrait de billes de soudure de BGA en utilisant la procédure de cisaillement des billes	104
Tableau 1 – Nombre minimal d'échantillons de grille de connexions exigés pour un essai analytique	68
Tableau 2 – Niveaux d'une substance d'intérêt (Pb, par exemple) dans un échantillon composite	71
Tableau B.1 – Probabilité de présence de certaines substances dans des matériaux et pièces utilisés dans les produits électrotechniques	85
Tableau B.2 – Probabilité de présence de certaines substances supplémentaires dans des matériaux polymères	88
Tableau C.1 – Concentration maximale calculée pour un échantillon composite, fondée sur la limite de détection	90
Tableau C.2 – Limite de détection exigée pour un échantillon composite, fondée sur la concentration admissible maximale	91
Tableau E.1 – Possibles substances d'intérêt ou détection de substances d'un téléphone portable (type A)	95
Tableau E.2 – Possibles substances d'intérêt dans les pièces principales du téléphone portable (type B)	96
Tableau E.3 – Exemples de défabrication pour de petites pièces électroniques types	100

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES
DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –****Partie 2: Démontage, défabrication et préparation mécanique de
l'échantillon**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Électrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. À cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

L'IEC 62321-2 a été établie par le comité d'études 111 de l'IEC: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques. Il s'agit d'une Norme internationale.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 2013. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente.

- a) Référence à la série IEC 62321 en lieu et place des normes IEC 62321 individuelles.

- b) Mise à jour de l'organigramme de la Figure 1. Restructuration de l'Article 4 et des exemples de l'Annexe A en conséquence.
- c) Ajustement des niveaux de risque de certaines parties et matériaux afin de refléter les dernières avancées technologiques et changements de matériaux. Mise à jour du Tableau B.1 pour inclure les niveaux de risque liés aux phtalates. Création du Tableau B.2 pour les autres substances (HBCDD, PAH, par exemple) présentes dans les matériaux polymères.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
111/619/FDIS	111/628/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à son approbation.

La version française de la norme n'a pas été soumise au vote.

La langue employée pour l'élaboration de la présente Norme internationale est l'anglais.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2, il a été élaboré selon les Directives ISO/IEC, Partie 1 et les Directives ISO/IEC, Supplément IEC; disponibles sous www.iec.ch/members_experts/refdocs. Les principaux types de documents développés par l'IEC sont décrits plus en détail sous www.iec.ch/standardsdev/publications.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 62321, publiées sous le titre général *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques* peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous webstore.iec.ch dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de ce document indique qu'il contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer ce document en utilisant une imprimante couleur.

INTRODUCTION

L'utilisation largement répandue des produits électrotechniques suscite une attention accrue concernant leur impact sur l'environnement. Dans de nombreux pays, ceci a conduit à l'adaptation de règlements relatifs aux déchets, aux substances et à la consommation d'énergie des produits électrotechniques.

L'utilisation de certaines substances dans les produits électrotechniques est une source de préoccupation ou un élément important dans les législations régionales en vigueur et en cours d'élaboration.

L'objet de la série IEC 62321 est par conséquent de fournir, à une échelle mondiale et de manière cohérente, des méthodes d'essai qui permettent à l'industrie électrotechnique de déterminer les niveaux de certaines substances dans les produits électrotechniques. Le présent document, constituant une partie importante de l'IEC 62321, traite des stratégies d'échantillonnage ainsi que de préparation mécanique.

AVERTISSEMENT – Il convient que les utilisateurs du présent document connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et d'assurer la conformité au règlement national en vigueur.

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 2: Démontage, défabrication et préparation mécanique de l'échantillon

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 fournit des stratégies d'échantillonnage ainsi que de préparation mécanique d'échantillons de produits électrotechniques. Ces échantillons peuvent être utilisés pour un essai analytique visant à déterminer les niveaux de certaines substances, comme cela est décrit dans les méthodes d'essai des autres parties de la série IEC 62321. Les restrictions concernant les substances varient selon les régions géographiques et peuvent régulièrement être mises à jour. Le présent document décrit un processus générique qui permet d'obtenir et de préparer des échantillons avant de déterminer toute substance d'intérêt.

Le présent document ne fournit pas:

- de recommandations exhaustives pour l'ensemble des produits qui peuvent être considérés comme produits électrotechniques. Étant donné qu'il existe une très grande diversité de pièces électrotechniques, avec différentes structures et compositions, ainsi que des innovations continues de l'industrie, il est irréaliste de tenter de fournir des procédures pour la défabrication de chaque type de pièce;
- de recommandations concernant d'autres voies de collecte d'informations supplémentaires sur certaines substances présentes dans un produit, bien que les informations recueillies soient pertinentes pour les stratégies d'échantillonnage du présent document;
- d'instructions pour un démontage et une défabrication mécanique sécurisés dans le domaine des produits électrotechniques (par exemple des commutateurs qui contiennent du mercure) et de l'industrie du recyclage (par exemple, comment manipuler des TRC (tubes à rayons cathodiques) ou éliminer des batteries en toute sécurité). Voir l'IEC 62554 [1]¹ pour la défabrication et la préparation mécanique d'échantillons issus de lampes fluorescentes qui contiennent du mercure;
- de procédures d'échantillonnage pour l'emballage et les matériaux d'emballage;
- de procédures analytiques qui permettent de mesurer les niveaux de certaines substances. Ceci est couvert par d'autres normes (par exemple d'autres parties de la série IEC 62321) qui sont appelées "normes d'essai" dans le présent document;
- de lignes directrices d'évaluation de la conformité.

Le présent document a le statut d'une norme horizontale conformément au Guide 108 de l'IEC [2].

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

¹ Les chiffres entre crochets renvoient à la bibliographie.

IEC 62321 (toutes les parties), *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques*

3 Termes, définitions et termes abrégés

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'IEC 62321-1, ainsi que les suivantes s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1.1

essai composite

essai sous forme d'un échantillon unique de deux matériaux ou plus qui peuvent être défabriqué mécaniquement au besoin

3.1.2

certaines substances

substance faisant l'objet de méthodes d'essai élaborées ou en cours d'élaboration dans l'IEC 62321 (toutes les parties), comme le cadmium, le plomb, le mercure, le chrome hexavalent, les biphényles polybromés, les diphényléthers polybromés, les phtalates

Note 1 à l'article: L'IEC 62321-1 comprend les méthodes d'essai pour l'évaluation de chacune des substances identifiées dans la définition ci-dessus.

3.1.3

démontage

processus par lequel un élément est défabriqué de sorte qu'il puisse ultérieurement être réassemblé et rendu opérationnel

3.1.4

défabrication

processus par lequel les matériels sont séparés par des moyens mécaniques, de sorte que l'élément ne peut pas ultérieurement être remonté pour être de nouveau opérationnel

3.1.5

matériau homogène

matériau dont la composition est parfaitement uniforme, soit un matériau constitué d'une combinaison de matériaux, qui ne peut être divisé ou séparé en différents matériaux, au moyen d'actions mécaniques, telles que le dévissage, le coupage, le broyage, le meulage et les procédés abrasifs

[SOURCE: DIRECTIVE RoHS DE L'UNION EUROPENNE 2011/65/UE [3]]

3.1.6

échantillonnage

processus d'obtention d'un échantillon d'un produit électrotechnique destiné à être analysé pour détecter la présence d'une ou de plusieurs substances d'intérêt

3.2 Termes abrégés

AC	Alternating current (courant alternatif)
BGA	Ball grid array (boîtier à billes)

TRC	Tube à rayons cathodiques (télévision)
DVD	Digital versatile disc (disque numérique polyvalent)
CI	Circuit intégré
ICP-MS	Inductively coupled plasma mass spectrometry (spectrométrie de masse couplée à un plasma induit)
ICP-AES	inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (spectrométrie d'émission atomique couplée à plasma induit)
JEDEC	Joint electronic devices engineering council
LCD	Liquid crystal display (écran à cristaux liquides)
LED	light-emitting diode (diode électroluminescente)
LOT	line output transformer (transformateur de sortie de ligne)
MDL	Method detection limit (limite de détection de la méthode)
OEM	Original equipment manufacturer (équipementier)
OLED	organic light-emitting diode (diode électroluminescente organique)
PBB	polybrominated biphenyl (biphényle polybromé)
PBDE	polybrominated diphenyl ethers (diphényléthers polybromés)
CCI	Carte de circuit imprimé
PCBA	printed circuit board assembly (assemblage de cartes de circuit imprimé)
PDA	Personal digital assistant (assistant numérique personnel)
SCART	Syndicat français des constructeurs d'appareils radio et télévision
SIM	Subscriber identity module (module d'identification de l'abonné)
CMS	Composant monté en surface
TFT	Thin film transistor (transistor à film mince)
TV	Télévision
USB	Universal serial bus (bus série universel)
XRF	X-ray fluorescence (fluorescence X)

4 Présentation de l'échantillonnage

4.1 Remarques préliminaires

Les essais portant sur certaines substances dans les produits sont réalisés pour différentes raisons incluant:

- la mise sur le marché d'un produit (en vertu d'un accord contractuel entre un équipementier et un fabricant de pièces, par exemple);
- l'évaluation de conformité aux limites réglementaires;
- des investigations en cas de non-conformité éventuelle (les raisons pour lesquelles le produit ne satisfait pas aux exigences contractuelles ou légales, le moment auquel cela s'est produit et le nombre de produits concernés)

Un échantillonnage approprié est essentiel à l'analyse de la présence de certaines substances dans des produits électrotechniques. La stratégie et le processus d'échantillonnage sont souvent aussi importants que l'essai analytique lui-même. Une stratégie d'échantillonnage efficace exige ainsi une bonne compréhension du produit électrotechnique, des raisons de l'analyse et des exigences à satisfaire.

4.2 Exigences relatives à certaines substances

Bien qu'un grand nombre d'organismes de régulation, d'industries et d'autres parties prenantes aient leurs propres exigences, souvent hétérogènes, concernant certaines substances, le présent document n'a pas pour objet de présenter entièrement ces différences. Toutefois, la sensibilisation aux différentes exigences relatives à certaines substances constitue une étape importante de la stratégie d'échantillonnage. Le paragraphe 4.2 souligne les différences d'exigences relatives à certaines substances.

- Différences géographiques: toutes les zones géographiques (pays ou région, par exemple) n'imposent pas de restriction aux mêmes substances. Par exemple, certaines régions ont choisi de ne restreindre l'utilisation que de quelques composés PBDE spécifiques, tandis que d'autres imposent une restriction plus large pour cette catégorie de retardateurs de flamme. Lors de l'échantillonnage d'un produit ou d'une pièce, il est essentiel de garder à l'esprit les différences en matière d'exigences légales applicables entre les zones géographiques.
- Limites admissibles: dans un grand nombre de législations, les niveaux admissibles classiques de certaines substances sont inférieurs à 1 000 mg/kg. Les limites de certaines substances sont même inférieures (100 mg/kg, par exemple). Pour certains types de matériaux, les limites de certaines substances peuvent être supérieures à 1 000 mg/kg, par exemple le plomb dans le cuivre et les alliages d'aluminium.
- Applicabilité du niveau admissible: la manière dont le niveau admissible de certaines substances est appliqué à un produit électrotechnique détermine la stratégie d'échantillonnage et la façon dont les résultats sont interprétés. Un grand nombre d'organismes de régulation appliquent leurs limites admissibles à des matériaux homogènes. Toutefois, l'interprétation du matériau homogène n'est pas cohérente entre les différentes régions.
- Exceptions applicables: certains types de produits électrotechniques sont exemptés de certaines exigences concernant les substances. Ces exceptions peuvent reposer sur différentes justifications incluant le domaine d'application des restrictions (par exemple, pour des besoins militaires), l'application du matériau (par exemple, soudure à haute température de fusion), la quantité (maximale) d'une substance d'intérêt dans le produit ou les propriétés électriques du produit.

4.3 Complexité des produits électrotechniques et défis associés

La complexité des produits électrotechniques a un impact sur l'échantillonnage et peut avoir une incidence sur l'exécution pratique de l'échantillonnage et de l'analyse. Les éléments suivants sont identifiés comme pertinents pour l'échantillonnage et les essais:

- a) Miniaturisation: la miniaturisation est l'une des tendances fondamentales de l'industrie électrotechnique. Celle-ci implique qu'un plus grand nombre de fonctionnalités soit inclus dans un plus petit volume. Chaque année, un nombre de plus en plus grand de pièces et de matériaux diversifiés sont utilisés par cm² de carte de circuit imprimé (CCI). Il est difficile de prélever des échantillons de mesure sur ces petites quantités de matériau. Par exemple, les dimensions des composants montés en surface (CMS) sont trop petites pour que des outils classiques effectuent une défabrication ou une séparation supplémentaire et la quantité d'échantillon restant est souvent trop faible après défabrication pour satisfaire aux exigences d'une analyse adéquate.
- b) Nombre de matériaux homogènes: un grand nombre de pièces ont des structures complexes et sont construites à partir de couches multiples de matériaux différents. En règle générale, une pièce électronique unique comporte entre 10 et 20 matériaux, tandis que de nombreux produits ou assemblages électrotechniques contiennent des centaines ou des milliers de pièces. Cela signifie qu'un produit électrotechnique peut comporter entre 1 000 et 10 000 matériaux homogènes. Les matériaux homogènes adhèrent souvent trop étroitement ensemble pour effectuer une séparation nette de manière pratique. L'expérience démontre que la composition change souvent en raison de la diffusion moléculaire entre matériaux (par exemple, la composition d'un placage est affectée par un matériau de base qui contient du plomb). De façon similaire, les produits électrotechniques actuels sont constitués d'un grand nombre de pièces. Par exemple, un téléviseur ou un ordinateur

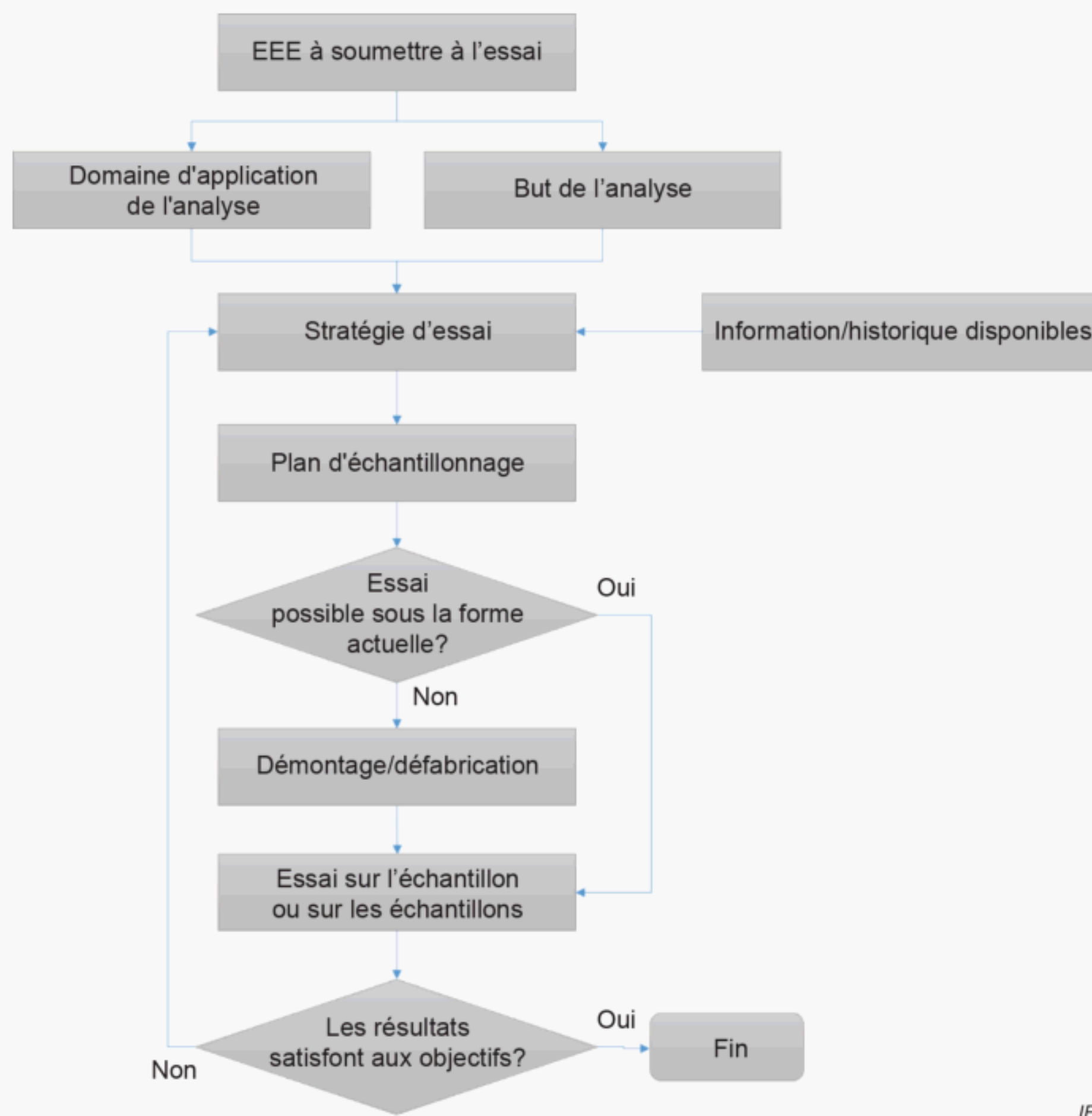
portable courant contient des milliers de pièces. La base de données de conception pour un équipementier peut ainsi inclure plusieurs dizaines de milliers de pièces. Ce point est présenté plus en détail à l'Annexe E par le démontage d'un téléphone portable.

- c) Les états d'oxydation de certaines substances peuvent ne pas être stables dans le temps. Par exemple, la concentration en chrome hexavalent dans les couches de protection contre la corrosion peut varier de manière significative dans le temps et en fonction des conditions de stockage.
- d) Substances indétectables à l'œil nu: un autre facteur qui complique l'échantillonnage et l'analyse est que certaines substances ne sont généralement pas visibles sans action complémentaire ou amélioration optique. Une pièce qui contient une substance d'intérêt peut ressembler et fonctionner d'une manière identique à une pièce qui ne la contient pas. Bien qu'il existe parfois des indications visibles de certaines substances (par exemple, un dépôt jaune sur des produits en acier suggère la présence de chrome hexavalent), la détection visuelle n'est pas possible.
- e) Variations d'un lot à un autre: la plupart des fabricants de produits utilisent simultanément des pièces qui peuvent provenir de plusieurs fournisseurs, par exemple des câbles, des résistances et des condensateurs. Les pièces sont mélangées pendant la fabrication, car elles sont techniquement parfaitement interchangeables dans la mesure où elles satisfont à la spécification qui les encadre. Toutefois, dans la plupart des cas, elles ne sont pas chimiquement identiques. De plus, l'expérience démontre que des matériaux de base peuvent être remplacés par des fournisseurs de pièces (par exemple en cas de pénurie), ce qui conduit également à une modification de la composition chimique de la pièce. Une notification de ces modifications n'est pas toujours fournie si la pièce satisfait toujours à sa spécification technique.
- f) Profondeur de la chaîne d'approvisionnement: la production de pièces électroniques implique souvent une chaîne d'approvisionnement complexe. Des produits relativement simples, tels qu'un câble extérieur, peuvent utiliser des chaînes d'approvisionnement d'une profondeur d'au moins sept intervenants. La chaîne d'approvisionnement pour une pièce plus complexe, telle qu'un écran à cristaux liquides, est considérablement plus profonde.

Ces caractéristiques de l'industrie électrotechnique démontrent que la gestion de certaines substances, ainsi que l'échantillonnage et l'essai, ne sont pas simples. La taille et le nombre de pièces ainsi que la complexité de la chaîne d'approvisionnement posent un défi pour saisir entièrement les emplacements de certaines substances dans un produit électrotechnique. La mise en œuvre d'un échantillonnage et d'un essai au niveau des matériaux homogènes dans les niveaux supérieurs de la chaîne d'approvisionnement (au niveau des produits finis) n'est pas possible pour les produits complexes.

4.4 Procédure d'échantillonnage

La stratégie d'échantillonnage décrit le processus à suivre pour déterminer l'échantillon. Ce processus se poursuit par la préparation effective des échantillons et se termine par l'essai. Bien que différentes approches en matière d'échantillonnage et d'essai sont susceptibles de s'appliquer à différents produits électrotechniques, il est possible de décrire un processus générique applicable dans la plupart des cas. Cela est représenté par le processus itératif de la Figure 1.



IEC

Figure 1 – Procédure itérative générique pour le plan d'échantillonnage

Le processus représenté à la Figure 1 comporte deux boucles itératives. La première porte sur la boucle de démontage et de défabrication décrite plus en détail à l'Article 5, et qui comprend ce qui suit

- 1^{re} itération: démontage partiel (voir 5.3);
- 2^e itération: démontage complet (voir 5.4);
- 3^e itération: défabrication partielle (voir 5.5);
- 4^e à n^e itération: défabrication complète (voir 5.6).

L'autre boucle itérative indique si les objectifs de l'évaluation ont été satisfaits, ce qui ne relève pas du domaine d'application du présent document.

4.5 Domaine d'application de l'analyse

L'élaboration de la stratégie d'échantillonnage pour un produit électrotechnique particulier/une pièce électrotechnique particulière commence par la définition du domaine d'application de l'analyse. Il prend également en compte les éléments qui peuvent être exclus, en fonction des connaissances accumulées. Voici certaines questions de base à prendre en considération dans cette phase (liste non exhaustive):

- Quelles zones géographiques sont couvertes par l'essai?
- Quelles substances d'intérêt sont soumises à l'essai dans le cas où elles ne le sont pas toutes (soit parce qu'elles font l'objet de restrictions réglementaires dans la région relevant du domaine d'application, soit en raison des exigences du client)?

- Quelles sont les limites admissibles pour les substances d'intérêt dans les zones géographiques concernées?
- Quelle est la complexité du produit ou de la pièce et est-il possible d'envisager l'échantillonnage et l'essai au niveau du matériau homogène?
- Des exceptions en vigueur s'appliquent-elles à une ou plusieurs des substances d'intérêt à soumettre à l'essai?
- Existe-t-il une nomenclature de matériaux disponible pour le produit?
- Des spécifications et des dessins du produit ou de la pièce sont-ils disponibles?
- Quelle est la profondeur de la chaîne d'approvisionnement pour les pièces et matériaux inclus dans ce produit?
- Y a-t-il des déclarations de matériau disponibles pour ce produit?
- Existe-t-il une quelconque expérience antérieure d'évaluation de ce produit ou de produits similaires qui peuvent être utile?
- Existe-t-il un quelconque risque de présence de certaines substances dans les matériaux utilisés dans le produit/la pièce?
- Une quelconque détection (par exemple, par fluorescence X) a-t-elle été effectuée précédemment sur ce produit ou sur des produits similaires, et peut-elle être utile?
- Existe-t-il des informations quelconques concernant le processus de fabrication des pièces ou matériaux (fabrication de métal ou production de circuits intégrés) utilisés dans ce produit ou dans des produits similaires qui peuvent être utiles?
- Existe-t-il de quelconques contrôles de fabrication connus mis en place par les fournisseurs de pièces ou de matériaux (par exemple, niveau de confiance dans le fabricant)?
- Existe-t-il un quelconque historique des problèmes avec le fabricant de pièces ou de matériau?

Les réponses à ces questions, et peut-être à d'autres, plus spécifiques, ont une influence sur la stratégie d'échantillonnage.

4.6 Objet de l'analyse

La stratégie d'échantillonnage dépend également du principal objectif de l'analyse. Une stratégie (potentiellement utilisée par les autorités chargées de l'application) consiste à procéder à une analyse pour vérifier si le produit contient au moins une substance d'intérêt dépassant les limites admissibles. Cette approche implique un échantillonnage progressif sélectif, ciblant délibérément les pièces du produit qui sont soit connues, soit susceptibles de contenir certaines substances. Chaque phase d'échantillonnage peut être suivie d'essais. Si les résultats ne sont pas concluants pour démontrer que certaines substances dépassent la limite admissible, une étape supplémentaire d'échantillonnage et d'analyse peut être réalisée. Dès lors que les résultats d'essai dépassent la limite admissible pour au moins une substance d'intérêt dans une quelconque pièce, l'ensemble du produit est considéré comme étant non conforme et aucun échantillonnage et analyse supplémentaires ne sont nécessaires. L'Annexe B donne une liste de toutes les pièces pour lesquelles il existe actuellement une probabilité de présence d'une ou de plusieurs substances d'intérêt.

Si l'analyse a pour objet de lancer la production d'un produit ou de prouver la conformité totale du produit, une stratégie d'échantillonnage plus approfondie qu'une vérification occasionnelle des spécifications est nécessaire. Les échantillons sont préparés à partir de chaque matériau ou pièce individuel(le). L'objectif étant de couvrir toutes les pièces et tous les matériaux d'un produit, d'autres voies peuvent être utilisées pour recueillir des informations au niveau du produit. Dans la chaîne d'approvisionnement en aval, une documentation et/ou des rapports d'analyse du procédé de fabrication peuvent exister, diminuant l'effort exigé pour l'échantillonnage et l'analyse.

Pour optimiser les coûts et le rendement, il est nécessaire de bien comprendre le résultat souhaité de l'essai. Il est souvent impossible d'échantillonner et de soumettre à l'essai toutes les pièces et tous les matériaux d'un produit. Un organisme est libre de déterminer le meilleur

compromis entre l'effort et les coûts au regard de l'efficacité de la stratégie d'échantillonnage. Certaines considérations qui permettent de réduire le plus possible les efforts et les coûts d'échantillonnage et d'essai sont énumérées ci-dessous:

- les pièces ou les matériaux qui ont une faible probabilité de contenir certaines substances (moins susceptibles de contenir certaines substances, présentant ainsi un risque moindre de non-conformité s'ils ne sont pas soumis à l'essai, voir l'Annexe B) qui peuvent être exclu(e)s de l'essai si le fournisseur est digne de confiance;
- exceptions applicables pour certaines substances (la présence de certaines substances n'a aucune influence sur la conformité);
- déclarations de matériaux de la part du fournisseur digne de confiance;
- données historiques d'essai (preuve de la probabilité de contenir certaines substances);
- échantillonnage et essai composites (traite plusieurs matériaux en un seul essai, mais d'autres facteurs doivent être pris en considération, voir 5.7.3 et l'Annexe C);
- taille minimale d'échantillon nécessaire pour effectuer des essais analytiques et nombre d'échantillons nécessaires pour déterminer s'il est possible ou non d'effectuer l'essai.

4.7 Stratégie d'essai

Dès lors que le domaine d'application et l'objectif de l'analyse ont été définis, la stratégie d'essai exacte peut être déterminée. Elle porte sur des aspects comme:

- les pièces du produit qui sont soumises à l'essai (dans le cas où elles ne le sont pas toutes);
- la méthode d'essai à utiliser pour les différentes pièces ou les différents matériaux;
- la pertinence statistique à atteindre;
- le nombre d'échantillons nécessaires à l'exécution de l'essai selon la pertinence statistique choisie;
- les méthodes de défabrication appliquées à différent(e)s pièces ou matériaux;

Avant de procéder à l'essai, il convient de déterminer la faisabilité de la stratégie d'essai (par exemple, la masse, la taille ou le volume de l'échantillon est-il suffisant(e)?). Un échantillonnage et un démontage ou une défabrication supplémentaires peuvent être nécessaires, lorsqu'il peut être choisi soit de défabriquer complètement, soit de choisir uniquement des matériaux qui ont une forte probabilité de contenir certaines substances. Le Tableau B.1 et le Tableau B.2 sont utilisés pour faciliter l'identification de ces pièces et matériaux.

Si l'essai est approprié, la procédure d'essai correspondante doit être suivie. Lorsque certaines substances sont présentes dans les pièces ou les matériaux, une exception peut être applicable (des exemples sont donnés dans le Tableau B.1).

L'organigramme de la Figure 1 est un processus itératif. L'ampleur de ce processus dépend de l'objectif de la stratégie d'échantillonnage. Après les étapes de détection, un essai analytique supplémentaire est effectué si nécessaire.

5 Plan d'échantillonnage

5.1 Remarques préliminaires

Le présent document fournit uniquement des lignes directrices générales d'échantillonnage qui sont destinées à constituer les fondements de la stratégie d'échantillonnage à adapter à chaque produit électrotechnique.

Avant l'échantillonnage, il est nécessaire de traiter les questions suivantes:

- a) En se fondant sur la connaissance disponible du produit, des parties ou des pièces quelconques susceptibles de contenir certaines substances (voir l'Annexe B) peuvent-elles être identifiées?
- b) Est-il possible d'analyser une quelconque de ces parties ou de ces pièces sans démontage?
- c) La pièce choisie peut-elle être considérée comme un matériau homogène pour les besoins de l'analyse?
- d) La pièce choisie pour l'analyse est-elle représentative?
- e) L'échantillon choisi satisfait-il aux critères minimaux de masse, de surface, d'épaisseur ou de volume, exigés par les méthodes analytiques choisies?

Les réponses à ces questions déterminent la stratégie d'échantillonnage et l'importance du démontage et de la défabrication s'il y a lieu, exigés pour fournir des échantillons représentatifs homogènes et en quantité suffisante pour permettre une analyse valable.

Autant que possible, il convient de procéder à l'échantillonnage en réduisant le plus possible les étapes de démontage et de défabrication. Chaque étape est suivie d'une évaluation de son efficacité (voir l'organigramme de la Figure 1 et la Figure A.1), généralement par une analyse de détection (voir l'IEC 62321-3-X). En fonction des résultats de l'évaluation et des objectifs de l'analyse, un démontage, une défabrication et un échantillonnage supplémentaires doivent être effectués, si cela est exigé, en particulier pour une analyse de vérification des pièces et des matériaux du produit. Cette approche représente le moyen d'analyse le moins coûteux, le plus rapide et le plus efficace, en particulier lorsqu'il est effectué sur le produit fini.

Les nombreux types et la diversité des produits électrotechniques rendent impossible la fourniture de stratégies d'échantillonnage détaillées pour chacun. En remplacement, des procédures couvrant cinq niveaux d'échantillonnage du moins destructif au plus destructif sont décrites.

L'Annexe A fournit des organigrammes d'échantillonnage génériques fondés sur la Figure 1 pour certains produits électrotechniques caractéristiques: un lecteur de DVD, un téléviseur à écran à cristaux liquides, un PDA et un ventilateur de bureau, ainsi que deux pièces, une résistance à couche épaisse et un potentiomètre CMS.

L'Annexe D énumère certains outils de démontage et de défabrication couramment utilisés.

Lors de la détermination de substances d'intérêt, il est fortement recommandé d'assurer que les outils utilisés soient exempts des substances concernées pour éviter une possible contamination.

L'Annexe E donne des exemples de démontage et de défabrication, couvrant deux types de téléphones portables, ainsi que la défabrication de différentes petites pièces électroniques, en particulier des boîtiers de circuits intégrés à grille de connexions et à billes (BGA).

5.2 Échantillonnage d'un produit fini

L'échantillonnage du produit fini est la première étape non destructive de la stratégie d'échantillonnage itératif dans laquelle des pièces représentatives du produit peuvent être analysées dans leur forme actuelle sans démontage ou défabrication.

Toutefois, "produit fini" est un terme relatif. Par exemple, un cordon d'alimentation en courant alternatif est un produit fini pour son fabricant, mais il peut être simplement une pièce d'un téléviseur. Les produits finis peuvent être évalués sans démontage s'ils ont une construction très simple ou si les emplacements de certaines substances attendues sont connus et qu'il est possible de les soumettre à l'essai sans démontage.

NOTE Même un produit apparemment simple tel qu'un cordon d'alimentation peut potentiellement être constitué de 10 à 20 matériaux homogènes différents.

5.3 Démontage partiel

Le produit est démonté en ses pièces principales, puis est soumis, si cela est possible, à un essai non destructif. Voir l'Annexe E.

5.4 Démontage complet

Le démontage complet sépare, dans la mesure du possible, l'ensemble des pièces, tout en permettant le remontage d'un produit opérationnel. Voir l'Annexe E.

5.5 Défabrication partielle

L'analyse détaillée de certaines substances d'un produit électrotechnique complet exige souvent que des pièces démontées fassent l'objet d'une défabrication supplémentaire. Il est toutefois souvent impossible de défabriquer complètement ces produits en leurs matériaux homogènes constitutifs. Ainsi, l'échantillonnage et la défabrication partielle de pièces doivent se focaliser sur les éléments qui ont une forte probabilité de contenir certaines substances (voir le Tableau B.1 et le Tableau B.2). Lors de l'étude des emplacements en vue de déterminer d'où les échantillons pour analyse peuvent être obtenus, il est important de comprendre la structure et les matériaux de ces éléments ainsi que les emplacements possibles des substances d'intérêt qu'ils contiennent.

Après défabrication, les pièces séparées ne sont pas en mesure d'être réassemblées dans un état opérationnel.

Les pièces types dans des produits électrotechniques complets, tels que les téléphones portables, les téléviseurs, les ordinateurs personnels, les réfrigérateurs, sont

- un assemblage de cartes de circuit imprimé (PCBA),
- des résistances,
- des condensateurs,
- des boîtiers de semiconducteur (CI),
- des transformateurs,
- des connecteurs moulés,
- des dissipateurs de chaleur,
- des câbles de liaison, etc.

5.6 Défabrication complète

L'objectif d'une défabrication complète est la séparation complète de toutes les pièces en leurs matériaux homogènes. Ceci n'est généralement pas possible, car la "défabrication complète" ne se poursuit que dans la mesure où les outils et les techniques disponibles le permettent.

Avant de procéder à la "défabrication complète" de pièces complexes en leurs matériaux homogènes, il est utile de comprendre leur structure et matériaux internes. Ceci peut être obtenu par

- l'expérience professionnelle,
- la documentation technique,
- l'analyse au moyen d'une détection par fluorescence X (XRF).

La méthode de la XRF est très utile pour identifier les matériaux présents avant la défabrication, en particulier lorsque la structure de l'échantillon est inconnue.

5.7 Considérations relatives à l'échantillon d'essai

5.7.1 Remarques préliminaires

De 5.3 à 5.6, le démontage et la défabrication sont expliqués en partant du niveau supérieur et en descendant jusqu'au niveau détaillé. À ce niveau détaillé, certaines difficultés apparaissent. En théorie, l'échantillonnage jusqu'au niveau homogène peut se poursuivre jusqu'à l'échelle nanométrique. Toutefois, en pratique, cet échantillonnage est au mieux très difficile ou consomme un temps inacceptable. Les limites de détection de la méthode dépendent entre autres des masses, des dimensions ou des volumes des échantillons. Les essais réalisés sur des échantillons dont les masses, les dimensions ou les volumes sont trop petits peuvent rendre les résultats inappropriés pour confirmer que la concentration d'une substance donnée est inférieure (ou supérieure) au niveau admissible.

L'échantillonnage et l'analyse de certaines substances au niveau du matériau homogène sont souvent difficiles, et une bonne compréhension des fondements de l'interprétation est cruciale, en particulier lorsqu'il s'agit d'échantillons composites.

5.7.2 Taille d'échantillon exigée

Des quantités minimales d'échantillon sont spécifiées dans la série IEC 62321 (toutes les parties).

Certains matériaux comportent des matrices qui peuvent être en dehors de ces quantités minimales d'échantillon. Des échantillons avec de fortes concentrations exigent une dilution, ce qui peut augmenter les limites de détection de la méthode (MDL).

Pour les petites pièces, il est souvent impossible d'obtenir une masse d'échantillon suffisante pour effectuer un essai analytique. À titre d'illustration, le Tableau 1 récapitule la façon dont les masses ainsi que la taille minimale d'échantillon des méthodes d'essai de l'IEC 62321 sont utilisées dans un rapport type de déclaration des matériaux d'une grille de connexions, pour calculer le nombre minimal d'échantillons exigé pour recueillir une masse suffisante d'échantillons pour l'essai analytique. Les hypothèses techniques des calculs sont également présentées dans le Tableau 1.

Tableau 1 – Nombre minimal d'échantillons de grille de connexions exigés pour un essai analytique

Couche de matériau	Masse de matériau par unité/mg	Nombre d'unités exigées pour une analyse Pb/Hg/Cd ^a	Nombre d'unités exigées pour une analyse Cr ⁶⁺	Nombre d'unités exigées pour une analyse PBB, PBDE et des phtalates
Fil de liaison ^{b,c,d,e,f}	1,7	368	N/A	N/A
Fixation de la puce ^{b,c,d,e,f}	0,7	893	N/A	179
Grille de connexions ^{b,c,d,e,f}	42,0	15	N/A	N/A
Placage de la grille de connexions ^{b,c,d,e,f}	0,6	1 042	Inconnu.	N/A
Composé de moulage ^{b,c,d,e,f}	52,9	12	N/A	3
Puce de silicium ^{b,c,d,e,f}	6,0	104	N/A	N/A

Hypothèses

- ^a La même méthode d'essai est utilisée pour les 3 éléments et les concentrations peuvent être obtenues à partir d'un échantillon. Cette hypothèse est utilisée à titre d'illustration pour présenter les tailles d'échantillons. Toutefois, Hg et Cd ne sont pas attendus dans la grille de connexions.

Si plusieurs substances doivent être analysées, le nombre d'unités exigées est alors la somme du nombre d'échantillons exigés pour chaque substance individuelle.
- ^b Les masses minimales des échantillons sont spécifiées dans la série IEC 62321.
- ^c Perte de 20 % en volume (masse) due à la préparation des échantillons.
- ^d Il est techniquement impossible de séparer chaque couche de matériau sans contamination.
- ^e 100 % de chaque matériau peuvent être recueillis à partir de chaque couche.
- ^f Non applicable aux substances dont la présence dans la couche de matériau n'est pas prévue.

Le Tableau 1 indique que 15 échantillons sont théoriquement exigés pour l'analyse du plomb dans la couche de matériau de la grille de connexions. Toutefois, comme cela est expliqué à l'Annexe E, le nombre effectif d'échantillons exigés pour obtenir une masse suffisante à partir de la couche de la grille de connexions dans un environnement de laboratoire est plus proche de 30 à 35 échantillons. Ceci est dû au fait que la couche de la grille de connexions ne peut pas être entièrement récupérée à partir de chaque unité, car le processus de défabrication mécanique doit empêcher une contamination croisée des autres couches de matériau. (Il n'est pas nécessaire d'analyser le chrome hexavalent, le PBB, le PBDE et les phtalates, car les risques sont très faibles pour que les pattes d'un circuit intégré contiennent ces substances.) Les nombres présentés dans le Tableau 1 doivent donc être considérés comme le "cas le plus favorable" ou le "minimum théorique".

En se fondant sur les recommandations ci-dessus, pour exécuter l'ensemble des six essais pour les substances d'intérêt selon la série IEC 62321, une masse minimale d'échantillons de 3,6 g est exigée. Toutefois, en fonction du matériau, il peut exister une perte allant jusqu'à 20 % pendant la préparation mécanique de l'échantillon (voir l'Article 7) avant l'essai. $3,6 \times (1 + 0,2) = 4,3$ g peuvent donc constituer la quantité minimale effective d'échantillons à obtenir à partir des pièces pour effectuer une analyse des six substances données. Les retardateurs de flammes et les plastifiants ne sont généralement pas utilisés pour les couches de matériau métallique, pour l'analyse de ces seuls matériaux, la taille minimale d'échantillon peut donc être réduite à $0,3 \times (1 + 0,2) = 0,4$ g.

À mesure que le nombre d'échantillons exigés pour l'essai augmente, il en va de même pour le risque que la population de pièces ne soit pas identique. Les pièces peuvent provenir de lots différents et/ou leurs matériaux peuvent différer, même si le numéro de pièce et/ou les performances et/ou les spécifications restent les mêmes. En conséquence, le résultat analytique peut être une moyenne trompeuse des échantillons soumis à l'essai (hauts niveaux de dilution d'une substance d'intérêt dans quelques-uns seulement des échantillons) ou même ne pas être concluant.

Ainsi, l'échantillonnage d'un grand nombre de petites pièces, par exemple ce qui sont présentées dans le Tableau 2 et dans l'exemple de grille de connexions du Tableau 1, peut rendre l'essai analytique définitif très difficile. Par exemple, le matériau recueilli pour l'analyse peut-il être considéré comme un matériau homogène? Les échantillons utilisés sont-ils identiques entre eux? Quels sont les critères utilisés pour évaluer l'uniformité du lot de composants?

5.7.3 Taille d'échantillon en fonction de la limite de détection

Il existe une relation inverse entre la taille d'échantillon et la limite de détection. À mesure que la quantité de matériau disponible pour l'analyse diminue, la limite de détection de la méthode d'une substance donnée augmente.

Le processus de défabrication devient de plus en plus difficile à mesure que la taille des pièces diminue. Toutefois, la taille ne constitue pas toujours le facteur de limitation. Il est plus difficile par exemple de défabriquer un circuit intégré de 10 mm³ qu'une varistance de 4 mm³. En raison de la difficulté de défabrication de petites pièces, il est utile de spécifier une taille minimale en dessous de laquelle la défabrication n'est plus exigée. Les pièces plus petites que cette taille minimale sont pulvérisées et le matériau résultant est analysé et traité comme un "matériau homogène" pour les limitations techniques de l'échantillonnage et de l'analyse, même s'il s'agit en fait d'un composé de plusieurs matériaux homogènes. Dans ce cas, les problèmes de limite de détection deviennent importants. Il convient de noter que la définition d'une taille minimale d'échantillon à un certain niveau ne résout pas certains problèmes de base associés à l'échantillonnage et à l'essai analytique.

Si la défabrication se poursuit jusqu'au plus petit matériau homogène, la quantité de matériau exigée pour l'analyse est déterminée par la quantité minimale d'échantillon exigée pour une méthode analytique particulière, qui est liée au type d'échantillon, à la technique de préparation de l'échantillon (voir l'Article 7) et à la méthode analytique. Par exemple, lors de l'essai du plomb dans des polymères par ICP-MS utilisant une combustion par voie sèche comme procédure de préparation d'échantillon, un échantillon de 0,02 g est exigé pour un seuil de déclaration de 1 mg/kg. Si l'ICP-AES est utilisé, un échantillon de 0,2 g est exigé pour un seuil de déclaration de 5 mg/kg.

Chaque combinaison de matrices, technique de préparation d'échantillon et méthode analytique comporte généralement une taille minimale d'échantillon exigée pour obtenir un seuil de déclaration particulier. Lorsque la taille d'échantillon est réduite, le seuil de déclaration augmente de telle sorte que, en utilisant l'ICP-AES, pour une taille d'échantillon de 0,02 g, le seuil de déclaration atteint 50 mg/kg. Il est important de comprendre la relation entre la taille d'échantillon et le seuil de déclaration pour la matrice, la technique de préparation des échantillons et la méthode analytique utilisée pour déterminer une substance d'intérêt.

5.7.4 Considérations relatives aux échantillons composites

Lorsque la quantité de matériau pouvant être soumis à l'essai est limitée et difficile à obtenir, il est particulièrement important d'être conscient de la probabilité de présence d'une substance d'intérêt donnée pour éviter un essai inutile (voir le Tableau B.1 et le Tableau B.2). Par exemple, il n'est pas nécessaire de soumettre les métaux à l'essai pour les retardateurs de flamme. Toutefois, lorsque des connecteurs ou des billes de circuits intégrés sont recueilli(e)s, une petite quantité de composé de moulage peut rester fixée au métal, constituant une source de retardateur de flamme. Une telle contamination croisée est pratiquement inévitable et il est nécessaire d'en tenir compte, pour éviter les résultats faux positifs.

Un autre aspect à prendre en considération est la dilution de la substance d'intérêt en fonction du mode de préparation de l'échantillon. Un échantillonnage produisant un échantillon d'essai constitué de plusieurs matériaux homogènes (un composite) peut être positif à l'essai pour une ou plusieurs substances données. Lorsque les résultats sont exprimés en mg/kg de l'échantillon composite mélangé, l'échantillonnage peut donner des valeurs inférieures à la limite admissible. Ce mécanisme est représenté dans le cas hypothétique du Tableau 2. Lorsque la concentration du matériau composite total est exprimée, celle-ci peut être inférieure au seuil toléré (par exemple, 1 000 mg/kg), tandis que les résultats fondés sur les matériaux homogènes peuvent largement dépasser le seuil toléré. Un exemple d'une telle situation est représenté dans le Tableau 2, dans lequel le matériau A contient un niveau significatif de plomb (Pb) qui est dilué dans le résultat global en plomb de l'échantillon composite mélangé. Pour éviter ces problèmes, il peut s'avérer nécessaire de demander confirmation auprès du fournisseur. D'autres considérations relatives aux échantillons composites sont traitées à l'Annexe C.

**Tableau 2 – Niveaux d'une substance d'intérêt (Pb, par exemple)
dans un échantillon composite**

Matériau homogène	Fraction massique %	Concentration de Pb mg/kg	Concentration de Pb dans l'échantillon composite mg/kg
A	25	1 200	300
B	25	600	150
C	20	0	0
D	15	0	0
E	15	40	6
Total pour l'échantillon composite	100	N/A	456

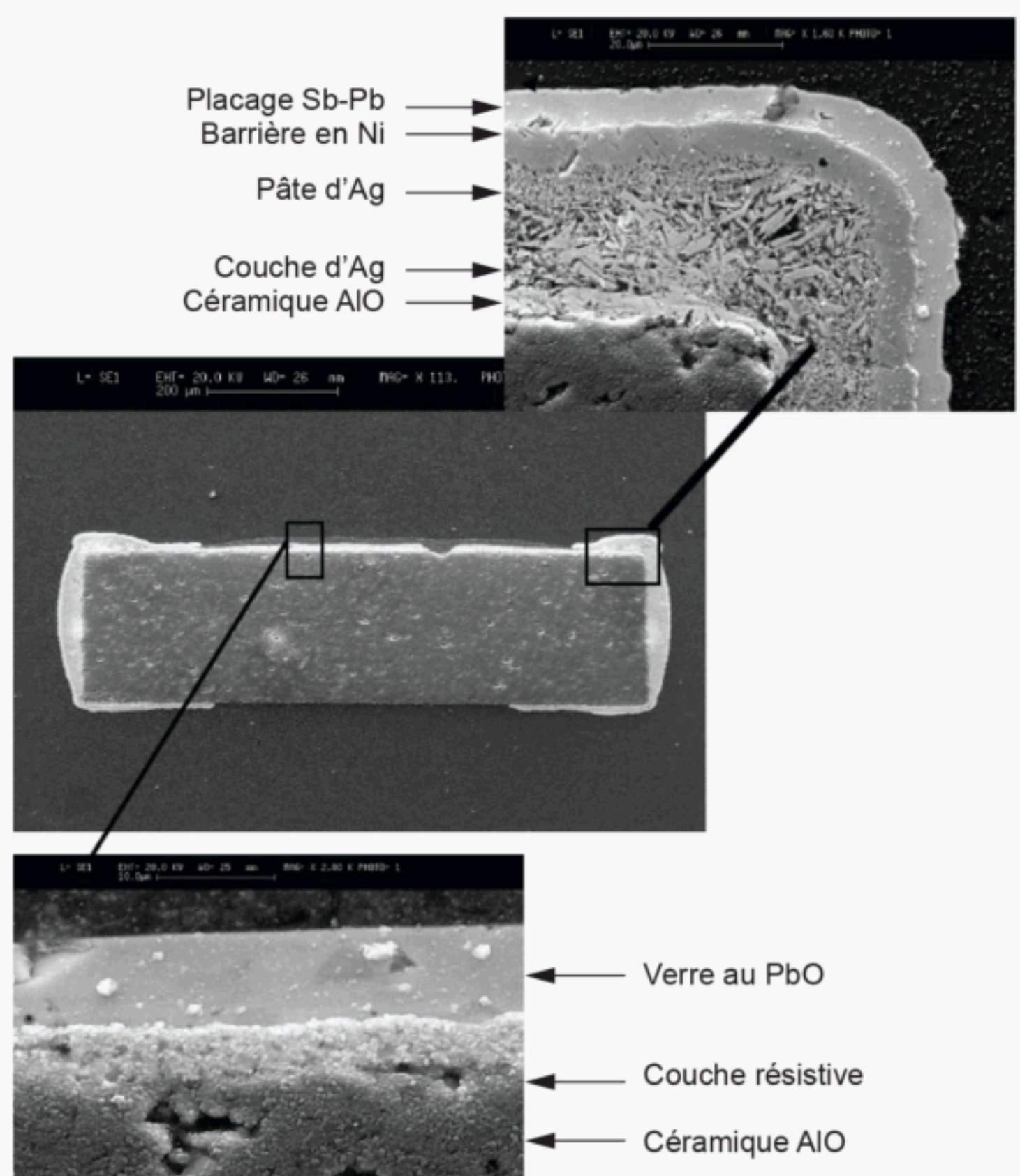
5.7.5 “Matériaux homogènes” non uniformes

Il existe un conflit inhérent à la définition de matériau homogène pour les pièces qui ne peuvent pas être défabriquées mécaniquement, mais qui n'ont pas une composition chimique uniforme. Comme cela est mentionné en 5.7.3, il peut être nécessaire d'homogénéiser ces échantillons et de les traiter comme un “matériau homogène” unique pour les besoins de l'essai. Toutefois, une connaissance bien plus approfondie de la structure et des matériaux de la pièce est exigée pour obtenir des résultats analytiques valables.

Lorsque la pièce est préparée (par exemple, réduite en poudre) et soumise à l'essai comme un échantillon unique, le résultat analytique est le niveau moyen de certaines substances présentes rapporté à la masse totale de l'échantillon soumis à l'essai. Des difficultés apparaissent lorsque des formes à la fois restreintes et non restreintes de la même substance coexistent dans l'échantillon. Ceci est représenté à la Figure 2 pour une résistance qui ne peut pas être défabriquée mécaniquement, mais contient du plomb dans des formes restreintes (placage à base de plomb, section transversale supérieure) et exemptées (verre à base d'oxyde de plomb (PbO) section transversale inférieure). L'échantillon composite étant issu de cette pièce qui ne peut pas être défabriquée, il est impossible de distinguer les différentes sources de plomb. Il n'est donc pas possible de déterminer les concentrations en plomb dans chacun des matériaux homogènes en soumettant la résistance à l'essai sous la forme d'un échantillon composite. Par principe, ceci reste vrai pour plusieurs dimensions de pièces qui ne peuvent pas être défabriquées mécaniquement.

Lorsque des restrictions sur plusieurs substances s'appliquent à une pièce unique au niveau du matériau homogène, potentiellement fondées sur leur application spécifique, les matériaux homogènes individuels doivent être analysés séparément, ce qui peut se révéler difficile dans la pratique.

Il est nécessaire d'élaborer des stratégies pour relever ces défis, en particulier à mesure que les dimensions des produits électrotechniques diminuent et que leur complexité augmente, tandis que le nombre de substances d'intérêt augmente et la limite admise diminue. Des techniques de détection sont utilisées pour recueillir davantage d'informations sur les substances d'intérêt et il peut être possible d'analyser des matériaux directement sur une section transversale comme cela est représenté à la Figure 2 (voir l'IEC 62321-3-X). Il reste toutefois difficile de faire la distinction entre des formes exemptées et restreintes de la même substance. Dans de tels cas, la communication tout au long de la chaîne d'approvisionnement est plus appropriée qu'un essai. Voir l'IEC 63000 [4] pour plus de précisions.



IEC

Figure 2 – Section transversale d'une résistance à base d'oxyde de plomb d'une largeur de 900 µm (CMS)

5.7.6 Détermination de l'échantillonnage des matériaux homogènes à partir de positions diverses

Bien que des matériaux homogènes partagent les mêmes propriétés physiques ou chimiques, leurs compositions ne sont pas toujours entièrement uniformes. Si la masse d'échantillons exigée pour l'essai n'est pas supérieure à la moitié de la masse de matériau disponible, il convient de réaliser l'échantillonnage dans des zones différentes (positions), y compris un centre géométrique au moins ainsi que les extrémités de deux diagonales. Par exemple, il convient d'échantillonner une longue gaine de câble en plusieurs positions (le centre et les extrémités, par exemple).

6 Conclusions et recommandations pour l'échantillonnage

La stratégie et le processus d'échantillonnage sont des étapes préliminaires cruciales pour l'analyse valable de certaines substances dans les produits électrotechniques. La qualité des résultats analytiques et de façon spécifique leur représentativité de l'échantillon analysé sont directement affectées par la technique d'échantillonnage. Le choix de la stratégie d'échantillonnage dépend de la ou des substances à déterminer, de leurs limites admissibles, du fondement sur lequel sont appliquées les restrictions et des exemptions possibles. D'autres facteurs importants sont la structure complexe des produits électrotechniques, la petite taille de leurs pièces, la teneur en matériaux divers, les variations d'un lot à un autre, la profondeur de la chaîne d'approvisionnement et la méthode d'essai analytique. Ces considérations sont expliquées en détail à l'Article 4, qui conclut que la stratégie d'échantillonnage est régie par les objectifs de l'analyse.

Une procédure itérative générique pour l'échantillonnage est décrite à la Figure 1. Étant donné sa nature itérative, il n'existe pas d'approche universelle unique. L'entité effectuant l'échantillonnage doit déterminer quels sont les niveaux d'itération de démontage et de défabrication nécessaires pour satisfaire aux objectifs de l'analyse, ainsi que leur nombre. Chaque itération est suivie d'une évaluation de la satisfaction de ces objectifs. Les nombreux exemples de l'Article 5, de l'Annexe A et de l'Annexe E du présent document, ainsi que l'IEC 62321-3-1, démontrent que la bonne stratégie d'échantillonnage et une utilisation raisonnée de techniques analytiques peuvent substantiellement diminuer la quantité de travail exigée.

Le présent document démontre que l'échantillonnage en vue de l'analyse de certaines substances dans les produits électrotechniques est souvent compliqué, voire impossible, lorsque de petites pièces complexes sont évaluées. La difficulté provient de la restriction des substances au niveau du matériau homogène, qui devient donc un élément essentiel de l'échantillonnage. Des problèmes apparaissent lors de l'évaluation d'un échantillon dont la composition n'est pas uniforme dans son ensemble, ne pouvant cependant pas, pour des raisons pratiques, être défabricué mécaniquement (par exemple, la résistance de la Figure 2). Ce scénario démontre l'insuffisance de la définition d'un matériau homogène. Lorsqu'aucune défabrication supplémentaire mécanique n'est possible, un essai analytique seul ne peut pas déterminer si l'échantillon satisfait aux exigences de certaines substances au niveau du matériau homogène.

Il est souvent impossible de défabricuer et de soumettre à l'essai tous les matériaux homogènes dans un produit ou une pièce. Même lorsque c'est physiquement possible, des contraintes telles que le temps, les ressources et la quantité de matériau disponible peuvent être insuffisantes pour obtenir une analyse significative. Pour limiter ce problème, les stratégies d'échantillonnage doivent utiliser prudemment les informations issues des déclarations de matériaux et de la connaissance de la probabilité de la présence de la substance d'intérêt dans un type de matériau spécifique (voir le Tableau B.1 et le Tableau B.2). De plus, il convient de prendre en considération la facilité avec laquelle les matériaux peuvent être séparés mécaniquement avec des outils usuels. Le 5.7 souligne l'importance de comprendre les limitations des stratégies d'essai raisonnées (par exemple l'essai de matériaux composites) pour être en mesure de prendre des décisions efficaces. Ces stratégies doivent également être cohérentes avec les objectifs de l'analyse.

7 Préparation mécanique de l'échantillon

7.1 Présentation

7.1.1 Champ d'application

L'Article 7 fournit des stratégies de préparation mécanique d'échantillon. Des techniques courantes qui permettent la fragmentation mécanique de la taille des produits électrotechniques, de leurs sous-unités ou des parties constitutives, préalablement à la détermination des substances d'intérêt, sont traitées.

NOTE La manipulation et la préparation des échantillons pour les méthodes analytiques spécifiques sont traitées dans d'autres parties de la série IEC 62321.

L'utilisateur doit choisir d'appliquer une ou plusieurs des approches ou un équivalent pour créer des échantillons appropriés à l'analyse. Le choix de la ou des techniques appropriées dépend de la granulométrie exigée pour la méthode analytique à utiliser. D'autres méthodes de préparation mécanique de l'échantillon peuvent être utilisées à condition que la granulométrie exigée de l'échantillon soit obtenue sans que certaines substances ne décomposent, contaminent ou altèrent l'échantillon.

7.1.2 Assurance qualité

Face au risque d'une erreur d'analyse due à la contamination, à l'évaporation des éléments volatils (par exemple vaporisation sous l'effet de la chaleur), à la décomposition des composés organiques (sous l'effet de la chaleur ou des ultraviolets, par exemple) ou à une perte de matériau par émission de poussières, il est important de choisir l'équipement et les procédures de nettoyage appropriés.

La contamination peut être due à l'équipement de broyage et à tout accessoire qui sont en contact avec l'échantillon. Pour ce qui concerne l'équipement choisi, les éléments qui peuvent se dégager et contaminer l'échantillon d'analyse doivent être connus, par exemple du cobalt (Co) et du tungstène (W) peuvent se dégager d'un équipement en carbure de tungstène (CW) et du chrome (Cr), du nickel (Ni), du molybdène (Mo) ainsi que du vanadium (V) peuvent se dégager d'un équipement en acier inoxydable.

Le laboratoire doit démontrer par expérimentation qu'un processus mécanique n'entraîne aucune contamination par des quantités décelables de certaines substances, ou par la perte de ces dernières. De façon similaire, il doit démontrer que la procédure utilisée pour le nettoyage de l'équipement de préparation mécanique de l'échantillon permet d'éviter la contamination de l'échantillon par certaines substances provenant de l'échantillon précédent. Par exemple, le traitement et l'analyse des matériaux de référence certifiés et des témoins avant ou après le traitement d'un matériau réputé contenir des niveaux significatifs de substances d'intérêt peuvent être nécessaires. L'utilisation de matériaux de référence certifiés n'est pas obligatoire. Toutefois, les matériaux utilisés doivent présenter une teneur connue en substances réglementées afin de pouvoir déterminer que les processus de préparation mécanique et de nettoyage de l'échantillon n'entraînent pas de contamination ou de perte de substances réglementées. L'efficacité de la technique de préparation mécanique de l'échantillon doit être surveillée en continu par des pratiques courantes de contrôle de la qualité, y compris les matrices dopées et les échantillons témoins.

7.2 Appareillage, équipements et matériaux

Les appareils, équipements et matériaux suivants sont recommandés, en fonction du type de matériau préparé:

- a) un broyeur primaire ou à couteaux, avec tamis de fond en acier inoxydable de 4 mm et 1 mm ou similaire;
- b) un broyeur centrifuge à tamis d'acier revêtu de carbure de tungstène (CW) de 250 µm et à rotor à six pales revêtu de CW (pour un matériau plastique uniforme, un tamis d'acier de 1 mm est approprié). - Un tamis en titane de 1 mm et un rotor de tamis en acier ou en titane doivent être utilisés pour éviter tout risque d'introduction d'impuretés pendant le meulage;
- c) une meule ou un broyeur cryogénique à impact, sans lame, de type "congélateur" à bac d'azote liquide LN₂ autonome, carter isolé, contrôle de vitesse, chronomètre programmable et verrouillage de sécurité;
- d) un mélangeur d'homogénéisation (par exemple, un blender);
- e) une balance d'analyse d'une exactitude de 0,000 1 g;
- f) des brosses (différentes tailles);
- g) du papier;
- h) des ciseaux et une cisaille à tôle forte;
- i) un bécher en verre;
- j) de l'azote liquide (LN₂).

AVERTISSEMENT – L'azote liquide est plutôt volatil et peut donner lieu à un appauvrissement en oxygène dans la zone d'utilisation, surtout si elle est fermée. Le laboratoire est responsable de la conformité aux procédures de sécurité appropriées et de l'utilisation d'équipements de protection lors du broyage cryogénique.

- k) un entonnoir à poudre.
- l) des gants;
- m) des lunettes de sécurité;
- n) un contenant en polyéthylène (à utiliser avec le LN_2).

NOTE Voir l'Annexe D pour les outils utilisés lors de l'échantillonnage

7.3 Procédure

7.3.1 Généralités

Selon le type et la taille de l'échantillon, l'une quelconque des procédures suivantes ou leur combinaison peut être utilisée pour préparer l'échantillon.

7.3.2 Coupe manuelle

La coupe manuelle est adaptée à une découpe et à une préparation grossières des échantillons avant une fragmentation supplémentaire, par broyage, etc. Les tailles maximales d'échantillons recommandées sont énumérées ci-dessous, mais dépendent de la spécification des équipements utilisés dans les processus de préparation ultérieurs:

- a) produits électroniques: les échantillons sont prédécoupés à une taille de 4 mm × 4 mm à l'aide d'une cisaille à tôle forte (voir 7.2 h));
- b) tôles métalliques: les échantillons sont prédécoupés à une taille de 4 mm × 4 mm à l'aide d'une cisaille à tôle forte;
- c) polymères: les échantillons sont prédécoupés à une taille de 5 mm × 5 mm à l'aide de ciseaux ou d'une cisaille à tôle forte. Les feuilles minces de polymère doivent être découpées en petits morceaux.

7.3.3 Broyage ou meulage primaire

Le broyage primaire est adapté pour fragmenter les échantillons jusqu'à un diamètre de 1 mm environ. Si besoin, refroidir les échantillons à l'azote liquide LN_2 (7.2 j)) pour les rendre friables avant le broyage primaire. Un exemple de préparation cryogénique consiste à placer les échantillons dans un contenant en polyéthylène (7.2 n)) pour le refroidir à l'azote liquide LN_2 dans un conteneur (un bécher, une fiole, par exemple). Attendre jusqu'à dissipation de l'azote liquide LN_2 . Broyer alors les échantillons dans un broyeur primaire ou à couteaux (7.2 a)) incluant un tamis de fond en acier inoxydable de 4 mm. Essuyer soigneusement et recueillir toutes les particules. Équiper le broyeur d'un tamis de fond en acier inoxydable prépesé de 1 mm et soumettre les matériaux de 4 mm à un nouveau traitement. Essuyer soigneusement le broyeur et recueillir toutes les particules. Si souhaité, refroidir de nouveau l'échantillon pendant 5 min avec de l'azote liquide LN_2 entre les cycles de broyage.

NOTE 1 Il est possible que les matériaux métalliques ne puissent être broyés qu'à une granulométrie de 4 mm (même si des particules de 1 mm sont préférables).

NOTE 2 Un contenant en polyéthylène peut être un sac hermétique, un tube avec un capuchon, etc., qui peut contenir l'échantillon et empêcher le contact direct avec l'azote liquide LN_2 .

7.3.4 Homogénéisation

L'homogénéisation est adaptée à la préparation des échantillons après broyage primaire dans le mélangeur avant de poursuivre la fragmentation dans le broyeur centrifuge (7.2 b)). Utiliser un conteneur d'une capacité égale au double du volume de poudre à mélanger. Régler le mélangeur (7.2 d)) à une vitesse appropriée et mélanger la poudre jusqu'à ce qu'elle soit homogène.

7.3.5 Broyage ou meulage fin

Le broyage/meulage fin est adapté pour fragmenter les échantillons jusqu'à un diamètre < 1 mm.

Broyer la poudre d'échantillon dans le broyeur centrifuge. Essuyer soigneusement le broyeur centrifuge et recueillir toute la poudre. Il convient de tamiser la matière recueillie de manière à obtenir un échantillon suffisamment homogène de plage granulométrique connue.

7.3.6 Broyage très fin des polymères et matières organiques

Pour les polymères et matières organiques, il est recommandé d'utiliser un broyeur cryogénique à impact, sans lame (7.2 c)). Cette procédure convient pour fragmenter des échantillons jusqu'à un diamètre de 500 µm ou moins. Elle n'est pas adaptée au métal, au verre ou aux matériaux similaires durs et coupants.

Entre 3 g et 10 g de matériau coupé grossièrement (sections de 3 mm à 5 mm) à broyer sont placés dans le tube d'échantillon rempli entre deux tiers et trois quarts de sa capacité. Ajouter le corps broyant et fixer les extrémités du tube. Laisser refroidir le broyeur cryogénique à impact sans lame pendant 15 min en remplissant le réservoir d'azote liquide LN₂. Placer les tubes qui contiennent les échantillons dans la meule et verrouiller le couvercle en place. Broyer l'échantillon tant que la granulométrie souhaitée n'a pas été obtenue. Il convient d'utiliser un ou plusieurs tamis à l'issue du broyage pour obtenir un échantillon suffisamment homogène.

Annexe A (informative)

Exemples de procédures d'échantillonnage et de défabrication

Cette annexe fournit une procédure générique détaillée pour l'échantillonnage et la défabrication (Figure A.1, voir aussi la Figure 1) ainsi que plusieurs exemples réels:

- échantillonnage d'un lecteur de DVD (Figure A.2);
- échantillonnage d'un téléviseur à LCD (Figure A.3);
- échantillonnage d'un PDA (Figure A.4);
- échantillonnage d'un ventilateur de bureau (Figure A.5);
- échantillonnage de pièces – résistance à couche épaisse (Figure A.6);
- échantillonnage de composants – potentiomètre CMS (Figure A.7).

Les points suivants peuvent être pris en considération, conjointement avec les organigrammes.

- a) Une analyse peut être effectuée pour un certain nombre de raisons:
 - analyse d'un matériau ou d'un emplacement spécifique (par exemple, un fabricant effectuant un audit interne, un distributeur vérifiant les zones du produit électrotechnique dans lesquelles existe une forte probabilité de présence de certaines substances, une autorité chargée de l'application recherchant un renseignement particulier);
 - la détection en tant que partie d'une inspection des biens entrants;
 - l'étape initiale d'un examen exhaustif de tout le produit.
- b) Voir la probabilité de la présence de certaines substances dans le Tableau B.1 et dans le Tableau B.2.
- c) Les exceptions pour certaines substances dans certaines applications ne s'appliquent que pour une législation régionale particulière.

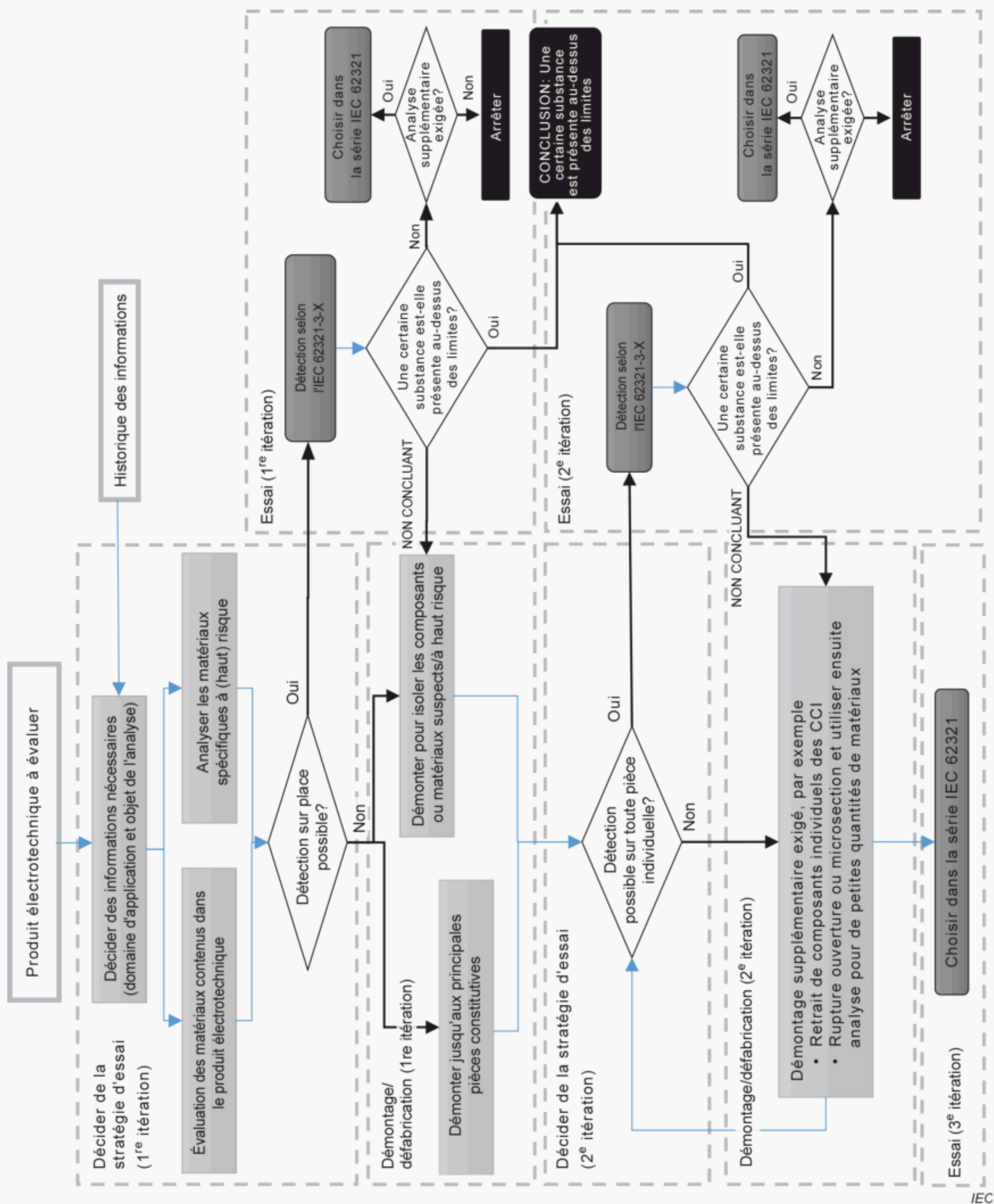


Figure A.1 – Méthodologie d'échantillonnage et de défabrication

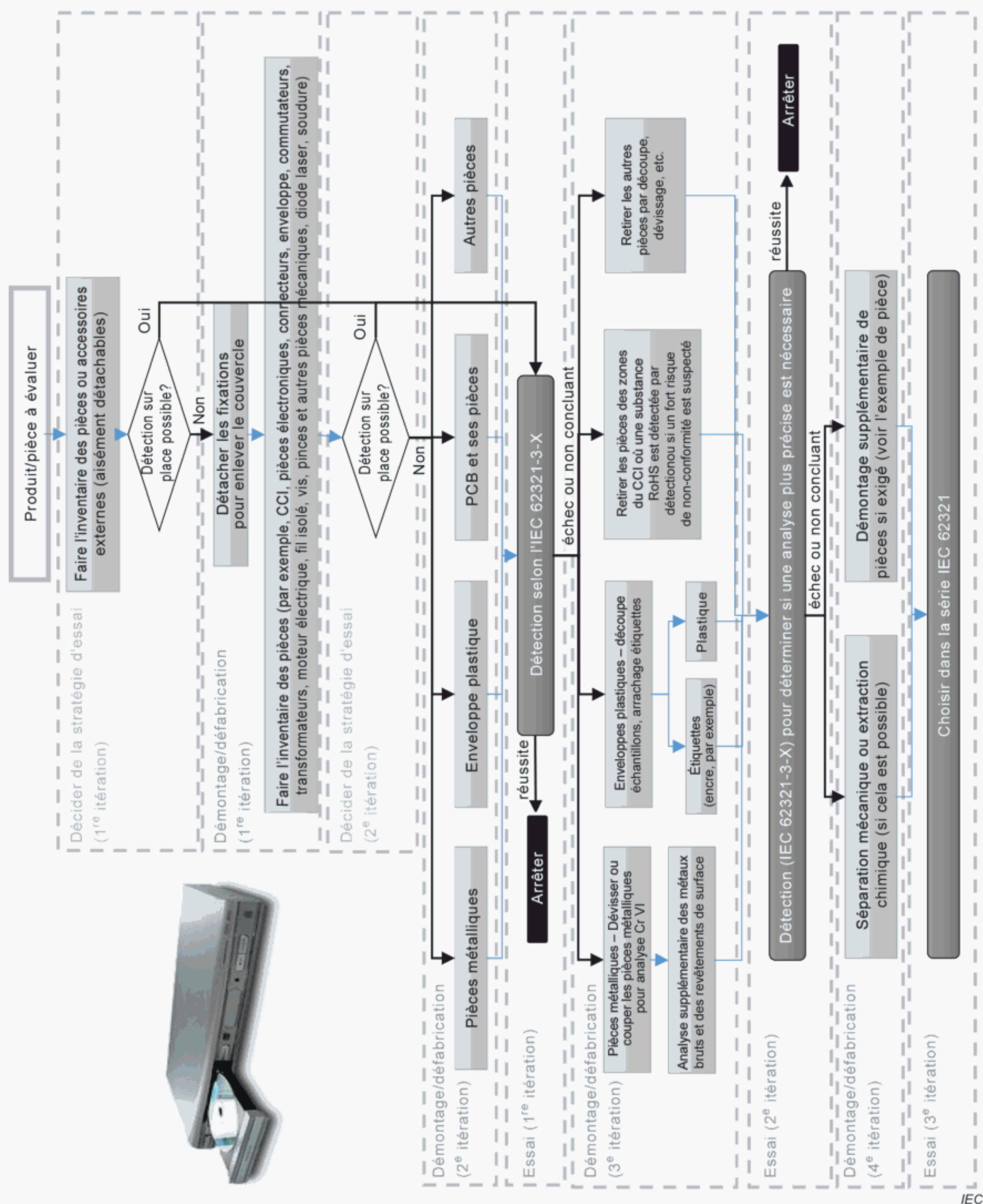
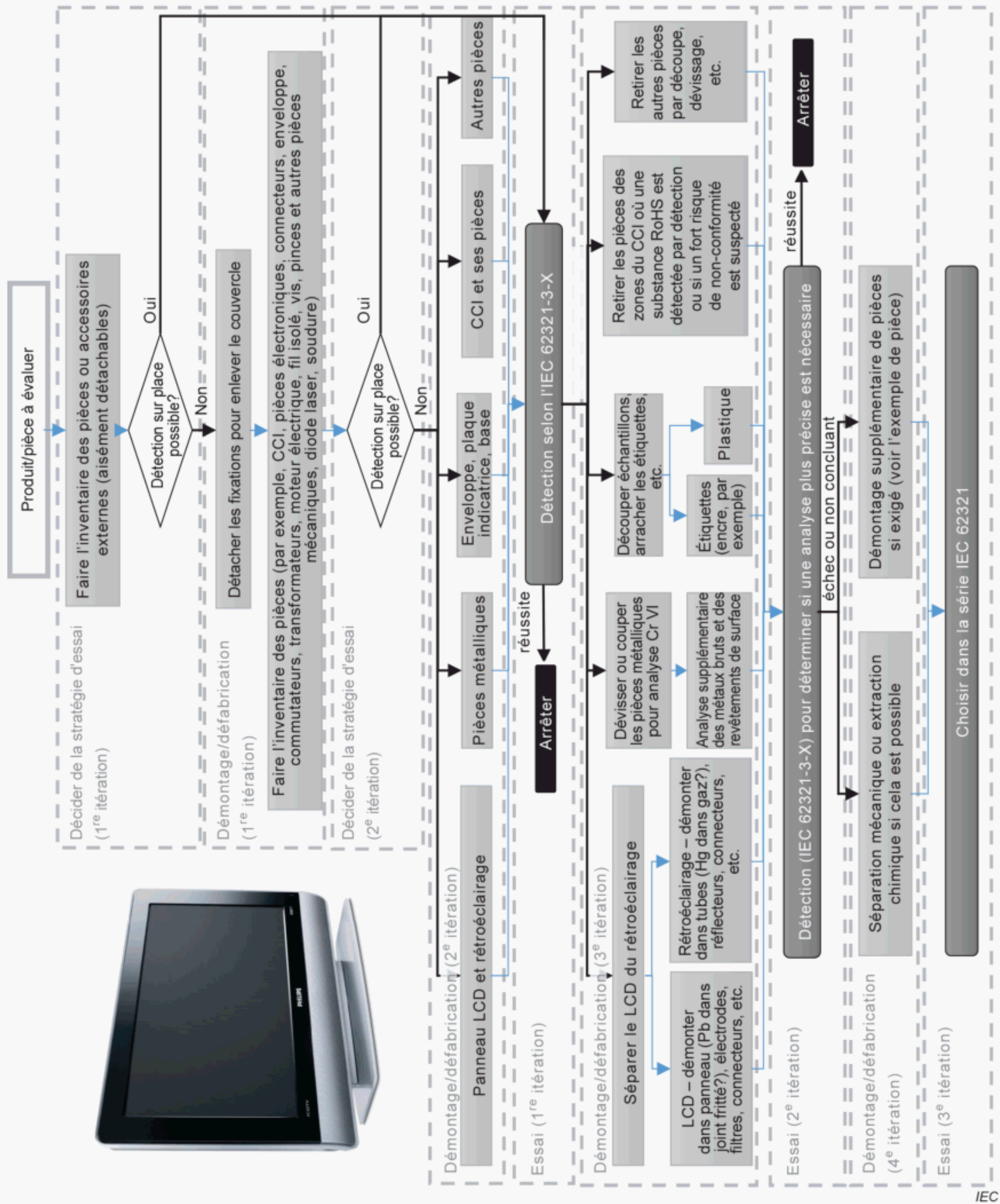


Figure A.2 – Échantillonnage d'un lecteur de DVD



IEC

Figure A.3 – Échantillonnage d'un téléviseur à LCD

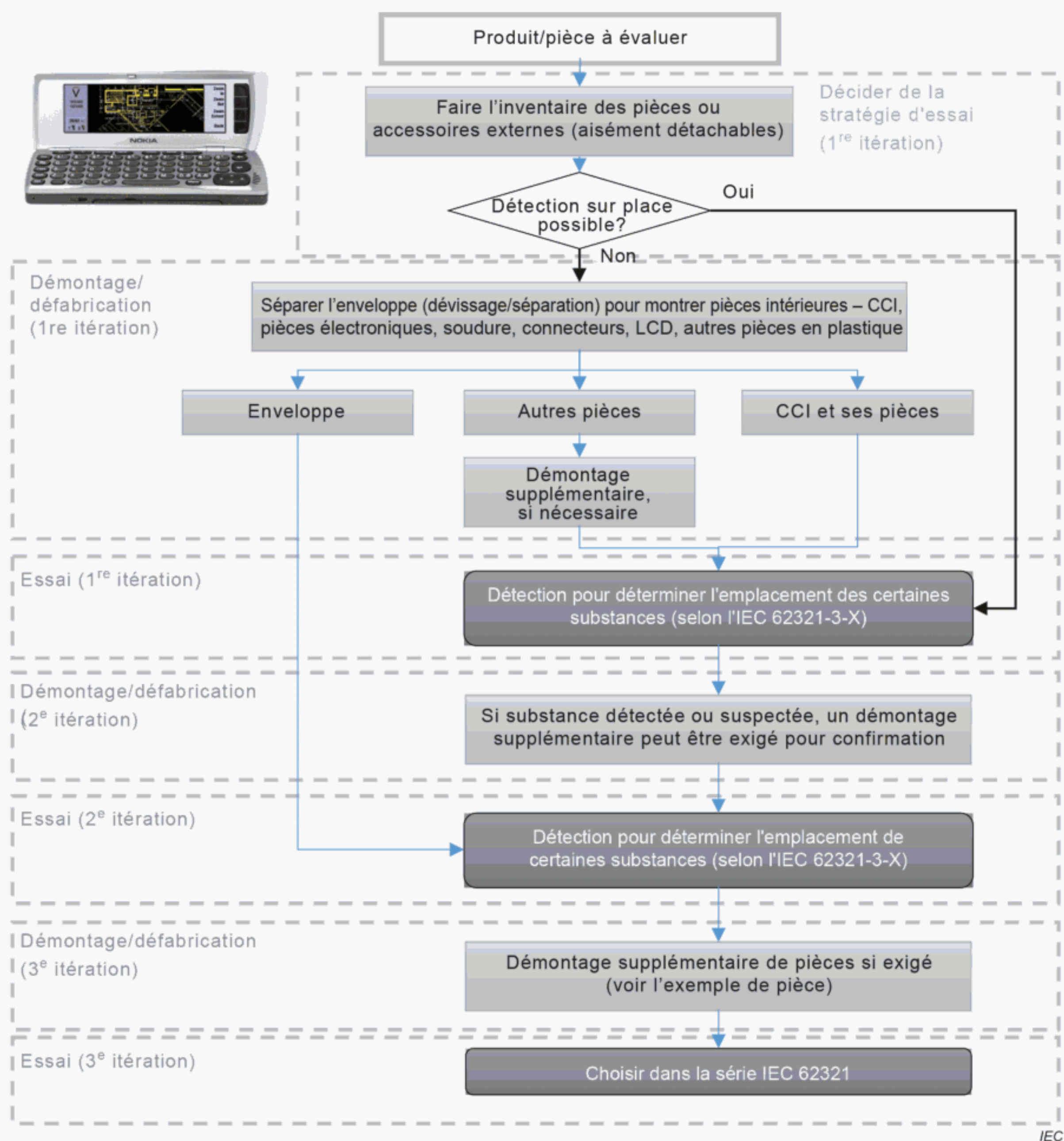
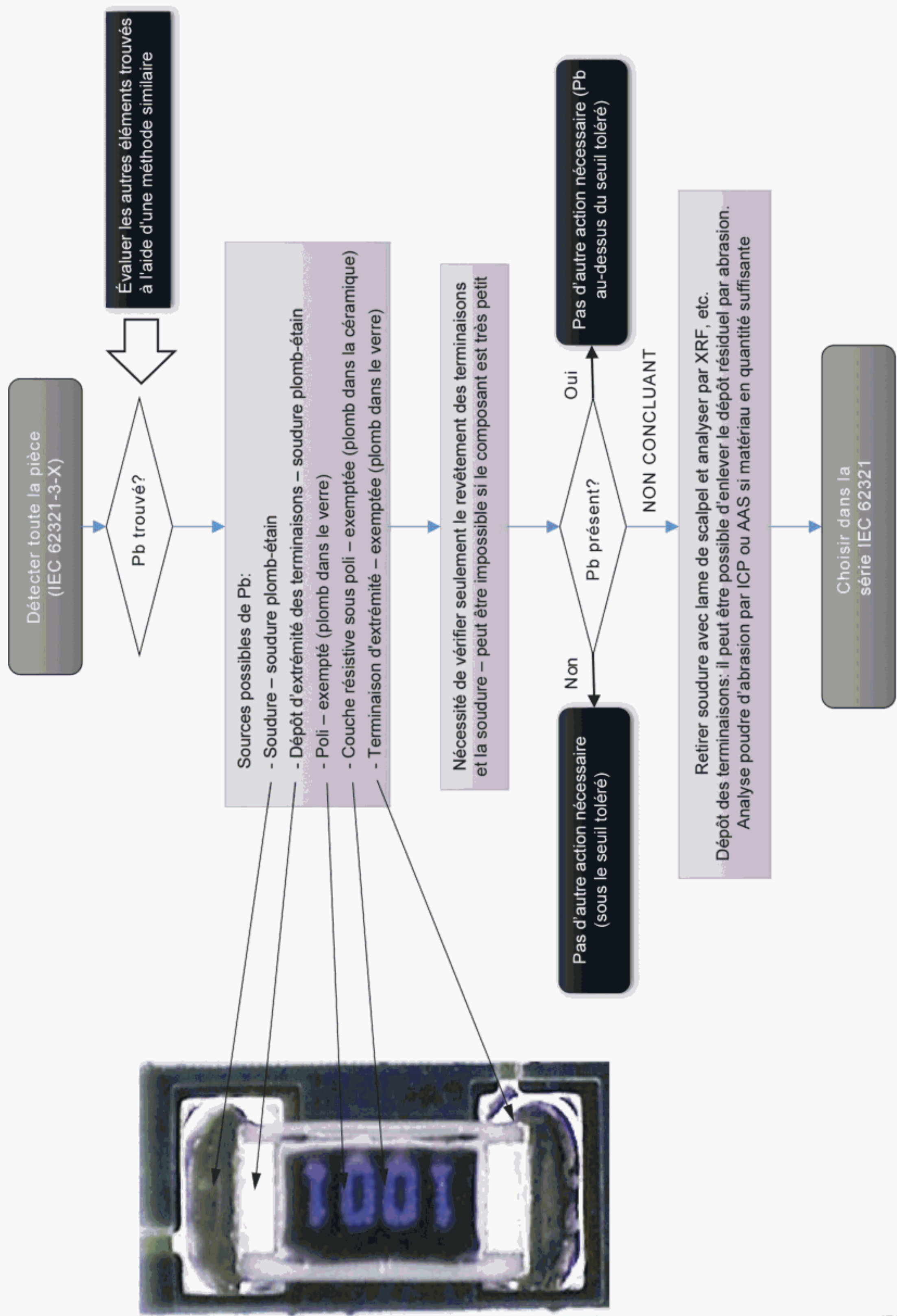
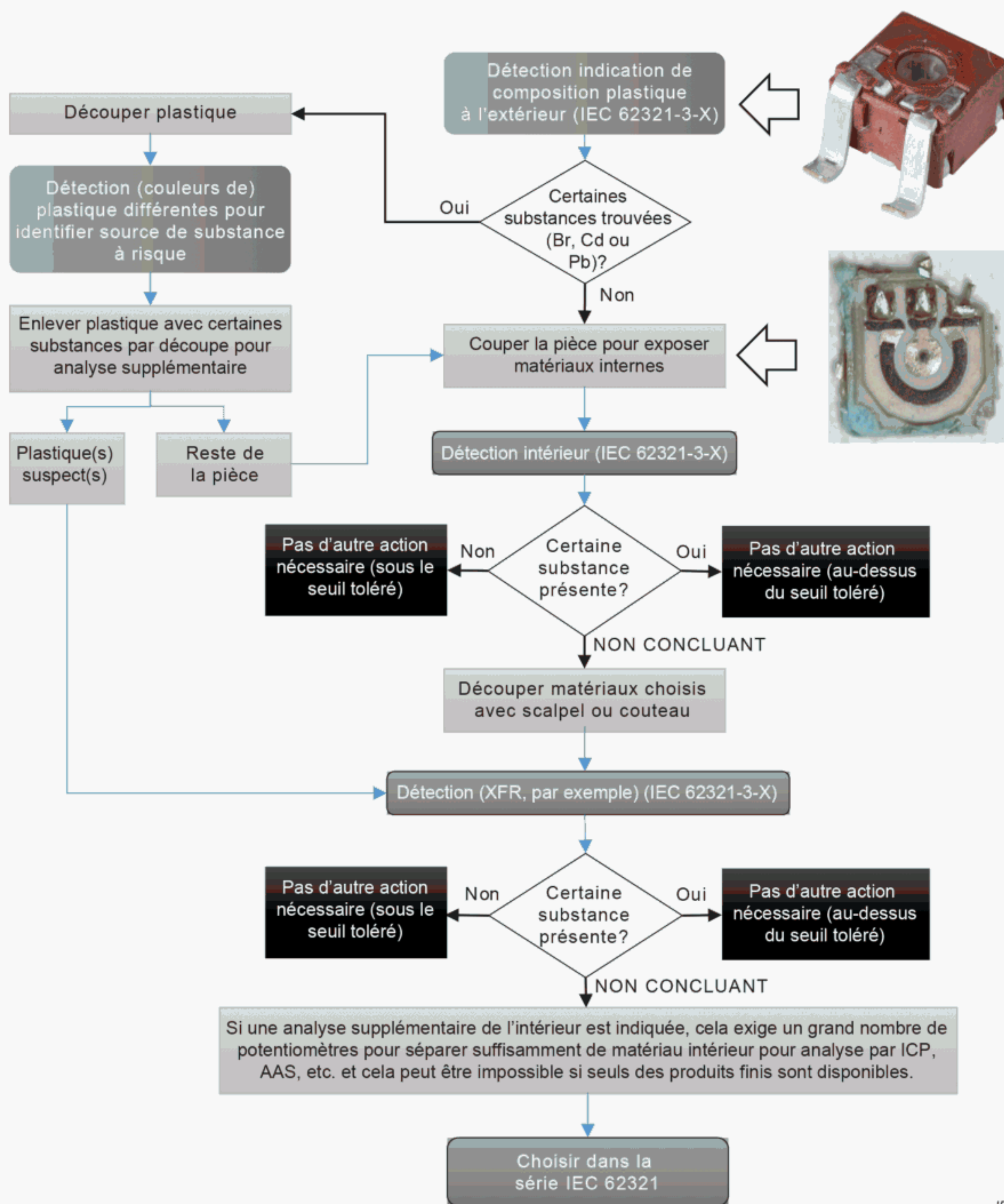


Figure A.4 – Échantillonnage d'un PDA





IEC

Figure A.7 – Échantillonnage de pièces – Potentiomètre CMS

Annexe B (informative)

Probabilité de présence de certaines substances

De nombreux produits électrotechniques contiennent un grand nombre de types de matériaux et de substances différents. La connaissance de la présence ou de l'absence de certaines substances dans les pièces et matériaux des produits électrotechniques est donc avantageuse pour la vérification de la conformité, car elle permet d'optimiser l'échantillonnage et l'analyse comme cela est décrit à l'Annexe A. La bonne compréhension des éléments suivants peut apporter des recommandations dans l'approche correcte d'échantillonnage et d'essai:

- la fonction d'une substance dans un ensemble de matériaux;
- l'utilisation historique de certaines substances dans un matériau;
- la compatibilité chimique d'une substance dans son matériau de matrice;
- les transformations chimiques apparaissant pendant le traitement ou la fabrication d'une substance ou d'un matériau;
- les autres aspects.

Le rendement est atteint en éliminant l'essai des substances dont il est connu qu'elles ne sont pas présentes dans un matériau ou une pièce particulier, par exemple des retardateurs de flamme PBB/PBDE dans des pièces métalliques, des plastifiants au phtalate dans le verre et la céramique. Les matériaux et les pièces qui ont une plus grande probabilité de présence de certaines substances exigent généralement une analyse plus fréquente et complète.

Le Tableau B.1 et le Tableau B.2 présentent des matériaux et pièces types dans les produits électrotechniques avec leur probabilité de présence de certaines substances. Ils donnent une indication initiale des zones d'échantillonnage pertinentes. Ces tableaux ne sont pas destinés à être exhaustifs, car de nouveaux matériaux sont constamment introduits grâce aux innovations technologiques et sur les produits.

Tableau B.1 – Probabilité de présence de certaines substances dans des matériaux et pièces utilisés dans les produits électrotechniques

Matériaux et pièces	Substances d'intérêt ^a							Nombre de matériaux homogènes ^b	Remarques
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	PBB	PBDE	Phtalate		
Pièces mécaniques									
Châssis – métal	L	L	L	L	N/A	N/A	N/A	1	Sans peinture et non chromé
Boîtier – plastique	L	L	L	L	L	M	L	1	
Cordon ou câble d'alimentation	L	M	H	L	L	M	H	> 1	
Capteur à couche épaisse	L	M	M	L	L	L	L	> 1	
Dissipateur de chaleur	L	L	L	L	N/A	L	N/A	1	
Vis, rondelle, fixation – métal	L	M	M	H	N/A	L	N/A	1 et > 1	Certaines sont enrobées, par exemple de chromate noir et jaune
Verre – TRC, joint verre-métal de lampe	L	L	H	L	N/A	L	N/A	> 1	

Matériaux et pièces	Substances d'intérêt ^a							Nombre de matériaux homogènes ^b	Remarques
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	PBB	PBDE	Phtalate		
Dépôt phosphorescent (par exemple TRC)	L	M	L	L	N/A	L	N/A	> 1	
Carte de circuit imprimé (CCI)									
Panneau ou écran LCD	M	L	M	M	L	L	L	> 1	
Panneau ou écran plasma	M	L	M	M	L	L	L	> 1	
Lampes, rétroéclairage	H	L	H	M	N/A	N/A	N/A	> 1	
Tête magnétique	L	L	M	M	N/A	N/A	N/A	> 1	
Substrat ou couches de CCI	L	L	L	L	L	N/A	L	> 1	
Connecteur	L	L	M	L	L	M	M	> 1	
Condensateur – électrolytique	L	L	M	L	L	M	H	> 1	Phtalates dans l'isolation ou l'enroulement plastique
Condensateur – type puce	L	L	M	L	L	M	N/A	> 1	
Résistance – type IMT	L	L	M	L	L	L	L	> 1	
Résistance – type puce	L	M	M	L	L	L	N/A	> 1	
Diode	L	L	M	L	L	L	N/A	> 1	
Fusible	L	L	H	L	L	L	N/A	> 1	
Soudure (processus et soudage manuel)	L	L	H	L	N/A	N/A	N/A	1	
Colle (rouge et blanche)	L	L	M	L	M	M	M	1	Utilisée pour fixer les pièces
Dépôt sur les terminaisons des composants	L	M	M	L	N/A	N/A	N/A	1 et > 1	
Moulages des composants	L	L	L	L	L	M	L	1 et > 1	
Circuit intégré (CI) et BGA	L	L	M	L	L	L	L	> 1	
Relais – mercure	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Relais – électromagnétique	L	H	M	L	L	L	L	> 1	
Commutateur – mercure	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Commutateur – mécanique	M	M	M	L	L	L	L	> 1	
Thermostats	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Détecteurs de flamme	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Semiconducteurs d'imagerie thermique	H	H	M	L	L	L	L	> 1	HgCdTe
Transformateur (LOT)	L	L	M	L	L	M	M	> 1	Phtalates dans le ruban isolant et/ou l'entretoise isolante (y compris l'adhésif)
Redresseur - diode	L	L	M	L	L	L	L	> 1	

Matériaux et pièces	Substances d'intérêt ^a							Nombre de matériaux homogènes ^b	Remarques
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	PBB	PBDE	Phtalate		
Redresseur - mercure	H	L	M	L	L	L	L	> 1	
Redresseur - sélénium	L	H	M	M	L	L	L	> 1	
Inductance	L	L	M	L	L	M	L	> 1	
LED	L	M	M	L	L	L	L	> 1	
OLED	L	L	L	L	L	L	L	> 1	
Accessoires									
Télécommandes	L	M	M	L	L	L	L	> 1	
Câble extérieur (par exemple SCART, USB, cinch)	L	M	M	L	L	L	H	> 1	
Alimentation extérieure	L	M	M	L	L	M	H	> 1	
Matériaux									
Peinture, encre et dépôt similaire	L	M	H	M	L	L	M	1	
Adhésif	L	L	L	L	L	L	M	1	
Polyuréthane – glacé	M	L	L	L	L	M	L	> 1	
Chlorure de polyvinyle (PVC)	L	M	H	M	L	M	H	1	
Styrène, polystyrène (PSH), ABS, polyéthylène (PE), polyester	L	L	M	L	L	M	L	1	
Caoutchouc	L	L	M	L	L	M	H	1	Utilisé pour fixer et/ou isoler les pièces, comme produits d'étanchéité ou agents d'étanchéité également.
Plastique – autre	L	M	M	L	L	M	M	1	
Colorants (tous plastiques) rouge, orange, jaune, rose, vert	M	H	H	H	N/A	N/A	N/A	1	
Métal	L	M	H	H	N/A	N/A	N/A	1 et > 1	
Acier – autre	L	L	L	H	N/A	N/A	N/A	1	
Acier – usinage libre	L	L	H	L	N/A	N/A	N/A	1	
Alliage de cuivre	L	H	H	L	N/A	N/A	N/A	1	
Alliage d'aluminium	L	L	H	L	N/A	N/A	N/A	1	
Placage de chrome métallique	L	L	L	L	N/A	N/A	N/A	> 1	
Dépôt de zinc	L	H	H	H	N/A	N/A	N/A	> 1	
Autres dépôts métalliques	L	H	L	H	N/A	N/A	N/A	> 1	
Verre – autre	L	M	H	M	N/A	N/A	N/A	U	
Céramique	L	L	H	L	N/A	N/A	N/A	U	

Matériaux et pièces	Substances d'intérêt ^a							Nombre de matériaux homogènes ^b	Remarques	
	Hg	Cd	Pb	Cr (VI)	PBB	PBDE	Phtalate			
Il convient d'utiliser ce tableau comme recommandation pour faciliter le choix des pièces ou matériaux d'essai qui ont une forte probabilité de contenir une substance d'intérêt. Il n'est pas exigé de soumettre à l'essai chacune des pièces énumérées dans ce tableau et toutes les substances de "haute" probabilité ne sont pas destinées à être soumises à l'essai. Voir 4.4 pour des recommandations supplémentaires sur la stratégie d'échantillonnage. Il est très important d'identifier toutes les exceptions applicables avant de commencer l'essai pour assurer une interprétation exacte des résultats analytiques et éviter tout essai de suivi inutile. Des listes d'exceptions peuvent être consultées dans la base de données IEC 62474 [5], à l'adresse http://std.iec.ch/iec62474 .										
^a	L	Faible probabilité – Pas d'utilisation historique de la substance d'intérêt.								
	M	Probabilité moyenne – Utilisation historique de la substance d'intérêt, mais d'autres substances sont généralement utilisées.								
	H	Forte probabilité – Utilisation historique de la substance d'intérêt pour laquelle il n'y a pas d'alternative connue, ou les alternatives ne sont pas couramment utilisées.								
	N/A	Non applicable.								
^b	1	Un matériau homogène.								
	> 1	Deux matériaux homogènes ou plus.								
	U	Inconnu.								

Tableau B.2 – Probabilité de présence de certaines substances supplémentaires dans des matériaux polymères

Matériaux polymères	Substances d'intérêt			
	HBCDD	PAH	Phtalate	TCEP
Polypropylène (PP)	L	L	L	L
Polyéthylène (PE)	L	L	L	L
Polystyrène résistant aux chocs (HIPS - high-impact polystyrene)	M	L	L	L
Acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS)	L	L	L	L
Polystyrène d'usage général (GPPS - general-purpose polystyrene)	L	L	L	L
Polystyrène assez résistant aux chocs (MIPS - medium-impact polystyrene)	L	L	L	L
Polystyrène très résistant aux chocs (SHIPS - super-high-impact polystyrene)	L	L	L	L
Chlorure de polyvinyle (PVC)	L	L	H	M
Polyuréthane (PU)	H	L	L	H
Polyester	L	L	L	H
Caoutchouc	L	H	H	M
Polycarbonate (PC)	L	L	L	L
Nylon	L	L	M	L
Légende <p>L Faible probabilité – Pas d'utilisation historique de la substance d'intérêt.</p> <p>M Probabilité moyenne – Utilisation historique de la substance d'intérêt, mais d'autres substances sont généralement utilisées.</p> <p>H Forte probabilité – Utilisation historique de la substance d'intérêt pour laquelle il n'y a pas d'alternative connue, ou les alternatives ne sont pas couramment utilisées.</p>				

Annexe C (informative)

Essai composite et échantillonnage

C.1 Remarques préliminaires

Comme cela est expliqué en 5.7.4, un essai composite d'un produit constitué de plusieurs pièces différentes et/ou couches de matériau différentes peut être utilisé comme technique de détection. Dans certaines circonstances cette technique peut permettre une utilisation plus efficace des échantillons, économisant les coûts par élimination des essais superflus. Deux approches peuvent être suivies:

- a) calcul de la concentration maximale en échantillon fondée sur la limite de détection analytique de la méthode utilisée;
- b) calcul de la limite de détection analytique exigée pour confirmer qu'une substance est en dessous d'un certain niveau de concentration dans un échantillon.

La première approche estime la quantité d'analyte qui peut être présente, mais qui n'est pas détecté, car il a été dilué en dessous de la limite de détection du fait de la composition.

C.2 Concentration maximale calculée pour un échantillon composite, fondée sur la limite de détection

Le premier exemple repose sur les hypothèses suivantes:

- la pièce contient quatre matériaux homogènes différents (pesant au total 18 mg);
- seul le plus petit contributeur au composite (matériau A) contient des substances d'intérêt, du plomb (Pb) et du cadmium (Cd);
- la méthode de l'analyse chimique de l'échantillon composite présente une limite de détection de 20 mg/kg;
- pour une analyse chimique, la pièce est d'abord réduite en poudre (échantillon homogène).

Un résultat "non détecté" signifie que jusqu'à 20 mg/kg de plomb et de cadmium peuvent être présents dans l'échantillon composite extrait de la pièce. En se fondant sur le cas le plus défavorable (du plomb et du cadmium sont présents à 20 mg/kg), la contamination ou l'erreur maximale sur le plomb et le cadmium est calculée (voir le Tableau C.1). Pour les niveaux maximaux de 20 mg/kg à la fois pour le plomb et le cadmium dans l'échantillon composite, le matériau homogène A peut contenir jusqu'à 360 mg/kg de plomb et de cadmium. Pour le plomb, ceci est inférieur à la limite admissible de 1 000 mg/kg. Toutefois, pour le cadmium, la limite maximale admissible de 100 mg/kg peut être dépassée.

Pour cet échantillon composite, la conclusion est qu'une analyse supplémentaire est nécessaire pour le cadmium afin de déterminer s'il satisfait aux exigences.

NOTE L'essai composite est uniquement une méthode de détection.

Tableau C.1 – Concentration maximale calculée pour un échantillon composite, fondée sur la limite de détection

Matériau	Masse mg	Pourcentage de masse totale pour un échantillon composite %	Teneur maximale en Pb (pour une limite de détection de 20 mg/kg) mg/kg	Teneur maximale en Cd (pour une limite de détection de 20 mg/kg) mg/kg
A	1	6	360	360
B	4	22	0	0
C	5	28	0	0
D	8	44	0	0
Total (composite)	18	100	N/A	N/A
Moyenne (composite)	N/A	N/A	20	20

Dans la seconde approche, la limite de détection exigée est calculée afin d'assurer qu'aucune substance particulière ne soit présente au-dessus d'un certain niveau.

Lorsqu'une substance est détectable dans un échantillon composite, la concentration de la substance présente dans le matériau homogène A peut être calculée au moyen de la formule suivante:

$$C_A = \frac{MDL \times m_C}{m_A}$$

où

C_A est la concentration d'une substance présente dans le matériau A (mg/kg);

MDL est la limite de détection de la méthode de l'analyse chimique de l'échantillon composite;

m_C est la masse de l'échantillon composite (mg);

m_A est la masse du matériau A (mg).

C.3 Limite de détection exigée pour un échantillon composite fondée sur la concentration admissible maximale

Le second exemple (voir le Tableau C.2) repose sur les hypothèses suivantes:

- contamination du même échantillon composite que celui utilisé sans l'exemple donné à l'Article C.2 avec 1 000 mg/kg de plomb (Pb) et 100 mg/kg de cadmium (Cd).

Vérifier ces niveaux de plomb et de cadmium par analyse chimique exige une méthode avec une limite de détection de 50 mg/kg pour le plomb et 5 mg/kg de cadmium, comme cela est représenté dans le Tableau C.2.

Tableau C.2 – Limite de détection exigée pour un échantillon composite, fondée sur la concentration admissible maximale

Matériau	Masse mg	Pourcentage de masse totale pour un échantillon composite %	Teneur en Pb mg/kg	Teneur en Cd mg/kg
A	1	6	1 000	100
B	4	22	0	0
C	5	28	0	0
D	8	44	0	0
Total (composite)	18	100	N/A	N/A
Moyenne (composite)	N/A	N/A	56	5,6
Limite de détection exigée mg/kg	N/A	N/A	56	5,6

La limite de détection exigée pour un échantillon composite peut être calculée au moyen de la formule suivante:

$$MDL = \frac{C_L \times m_A}{m_C}$$

où

MDL est la limite de détection exigée pour l'échantillon composite (mg/kg);

C_L est la concentration maximale admissible d'une substance présente dans le matériau A;

m_A est la masse du matériau A (mg).

m_C est la masse de l'échantillon composite (mg);

En outre, il est important de garder à l'esprit qu'à la fois les limites de détection des méthodes analytiques et les concentrations de certaines substances ont une marge d'erreur et que la présence de certaines substances peut varier dans un matériau homogène (voir l'IEC 62321-3-1 et l'IEC 62321-3-2). Il est donc conseillé d'inclure une marge de sécurité lorsque ce concept est appliqué.

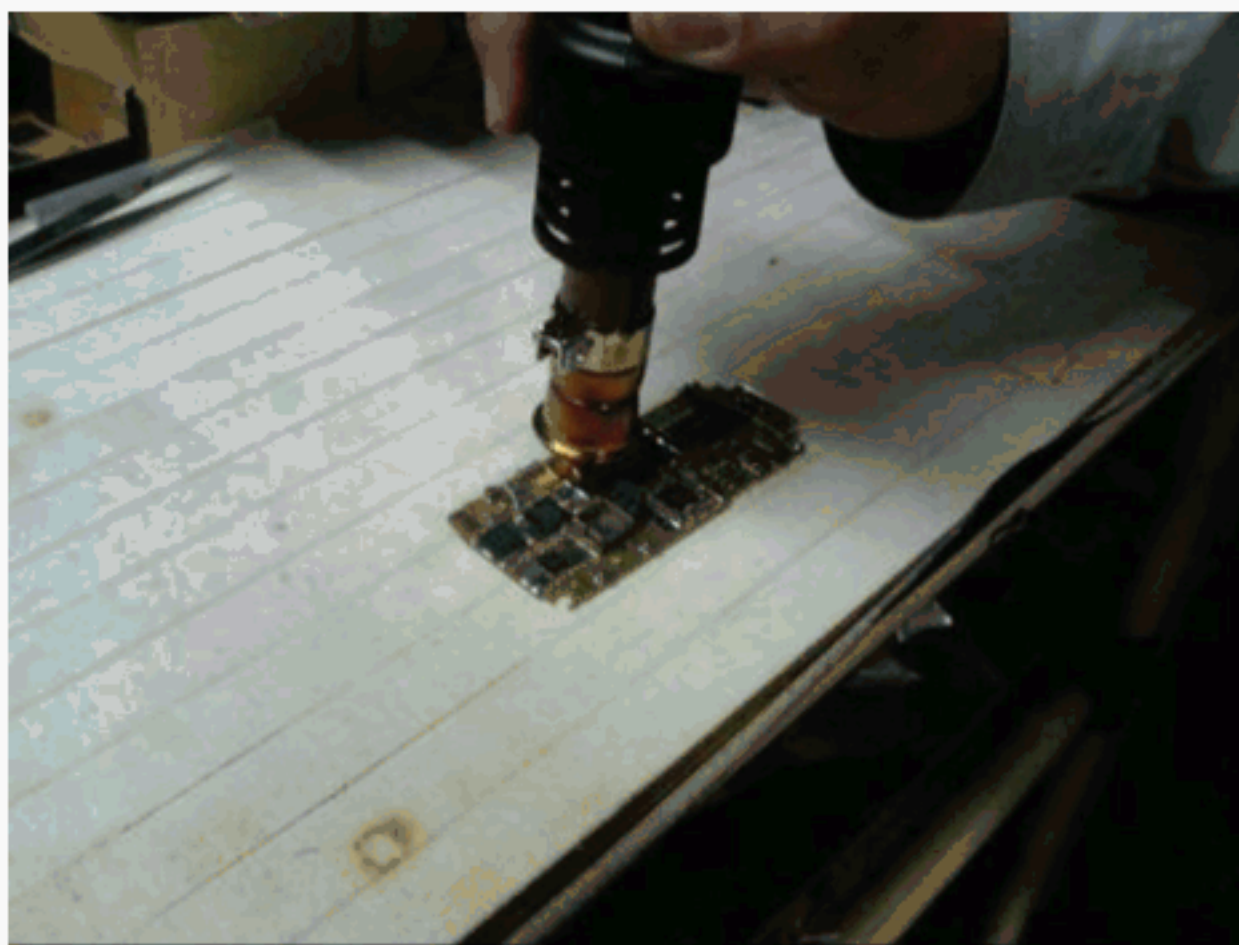
Annexe D (informative)

Outils utilisés pour l'échantillonnage

Les outils couramment utilisés pour l'échantillonnage par des outils de démontage et de défabrication sont les suivants:

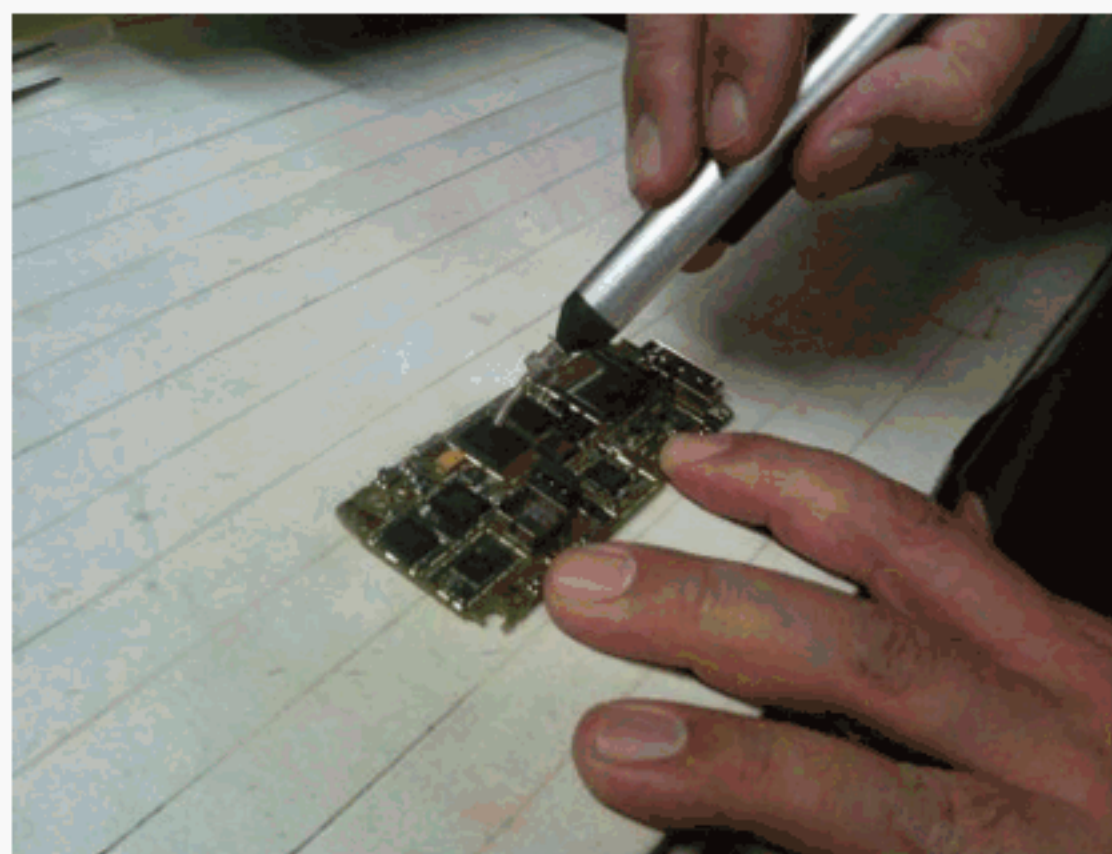
- fer à souder
- tournevis (électrique)
- pince à dénuder
- couteau/scalpel
- cisaille
- clés (à œillet)
- marteau
- foret/électroforeuse
- tresse à dessouder, c'est-à-dire fil qui absorbe la soudure fondue
- clés Allen
- pinces coupantes
- pinces
- scie égoïne
- pinces brucelles
- tige d'aspiration
- pistolet à gaz chaud

L'utilisation d'un pistolet à gaz chaud (Figure D.1) et d'une tige d'aspiration (Figure D.2) est représentée ci-dessous.



IEC

Figure D.1 – Pistolet à gaz chaud pour enlever les pièces électroniques



IEC

Figure D.2 – Tige d'aspiration pour enlever les dispositifs électroniques cibles

Annexe E (informative)

Exemples de démontage et de défabrication d'un téléphone portable

E.1 Généralités

Le téléphone portable est un produit compact et complexe qui contient un grand nombre de petites pièces. C'est donc un bon exemple de la façon dont des stratégies d'échantillonnage peuvent être élaborées pour d'autres produits électrotechniques.

Cette annexe donne les exemples suivants:

- démontage partiel sans outils – téléphone portable type A;
- démontage partiel avec outils simples – téléphone portable type B;
- démontage complet – téléphone portable type B;
- défabrication partielle – téléphone portable type B;
- défabrication complète – exemples de défabrication de petites pièces électroniques;
- défabrication complète d'un boîtier de circuit intégré à grille de conducteurs;
- défabrication complète d'un boîtier à billes (BGA).

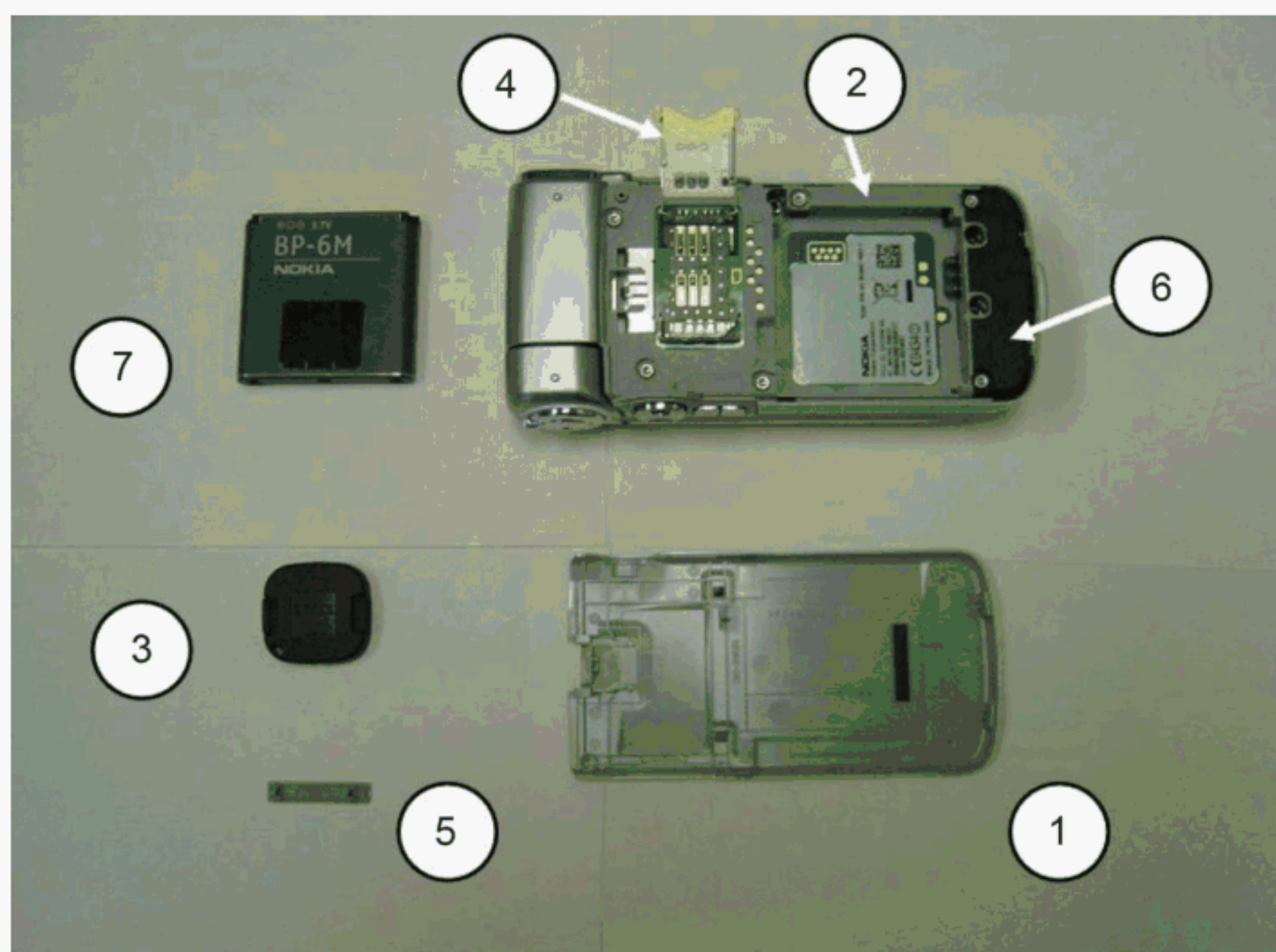
E.2 Démontage partiel sans outils – Téléphone portable type A



IEC

Figure E.1 – Téléphone portable type A avec chargeur de batterie et couvre-objectif d'appareil photographique

Ce téléphone portable (Figure E.1) offre des possibilités limitées d'analyse en tant que produit fini. Le chargeur comporte au moins six zones individuelles constituées de matériaux différents et il est détecté sans démontage. Le capot arrière du téléphone est enlevé et la batterie du téléphone est extraite. Le capot arrière étant métallisé sur l'extérieur, il est analysé (détection) sur les deux faces. Le démontage partiel du téléphone portable constitue la limite de démontage sans utiliser d'outils, comme cela est représenté à la Figure E.2 et comme cela est indiqué dans le Tableau E.1.



IEC

Figure E.2 – Téléphone portable type A avec batterie et capot arrière enlevés

Tableau E.1 – Possibles substances d'intérêt ou détection de substances d'un téléphone portable (type A)

Numéro d'échantillon	Pièces de produit	Matériaux	Probabilité de présence ^a	Éléments liés à certaines substances ^b	Options pour analyse supplémentaire
1	Capot arrière en plastique	Polymère	Moyenne	Pb, Br	Voir 4.3.
2	Boîtier en plastique du téléphone	Polymère	Moyenne	Pb, Br	Voir 4.3.
3	Capot en plastique de l'objectif	Polymère	Moyenne	Pb	Voir 4.3.
4	Pince métallique pour carte SIM	Polymère	Faible	Cr, Cd	Voir 4.3.
5	Capot du port Com	Polymère	Moyenne	Pb, Br	Voir 4.3.
6	Pièce en plastique dans le corps	Polymère	Moyenne	Pb, Br	Voir 4.3.
7	Batterie	Complexe	Haute?	(Cd, Pb, Hg)	Voir 4.3.

Les échantillons marqués à la Figure E.2 peuvent être détectés directement.

Le 5.7 donne des considérations relatives à des actions supplémentaires.

^a La probabilité de présence indique la vraisemblance de trouver les substances d'intérêt énumérées.

^b La présence de Br (brome) peut indiquer l'utilisation d'un certain retardateur de flamme bromé.

E.3 Démontage partiel avec outils simples – Téléphone portable type B

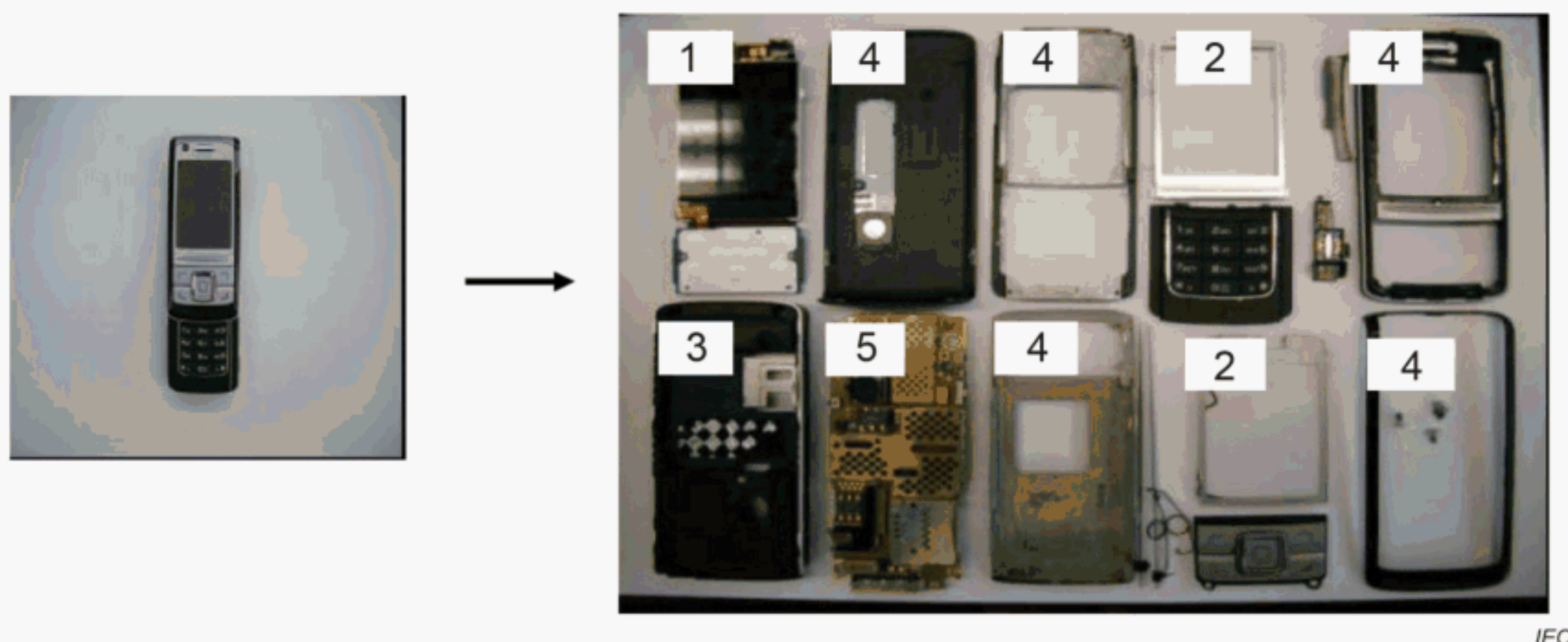


Figure E.3 – Démontage partiel d'un téléphone portable (type B) en ses pièces principales

Dans cet exemple, un autre téléphone portable fait l'objet d'un démontage partiel en utilisant uniquement des outils simples tels que des tournevis. Noter qu'après démontage, les pièces du téléphone peuvent facilement être réassemblées et le téléphone portable être fonctionnel.

Les pièces principales peuvent d'abord être séparées comme cela est représenté à la Figure E.3. Les pièces représentées sont l'écran TFT, le clavier, le boîtier de fond, la CCI principale, le boîtier/châssis, etc., comme cela est indiqué dans le Tableau E.2.

Tableau E.2 – Possibles substances d'intérêt dans les pièces principales du téléphone portable (type B)

Numéro d'échantillon	Pièces de produit	Matériaux	Probabilité de présence ^a	Éléments liés à certaines substances ^b	Options pour analyse supplémentaire
1	Écran TFT	Polymère/verre/métal	Moyenne	Pb	Après démontage ou défabrication supplémentaire
2	Clavier	Polymère	Haute	Cd, Hg	Nécessite un démontage supplémentaire
3	Boîtier de fond	Polymère	Haute	Cd, Br	Oui
4	Autre boîtier ou châssis	Polymère	Haute	Cd, Br	Oui
5	CCI principales	Nombreux matériaux différents (fibre de verre, cuivre)	Haute	Pb, Br, Hg	Après démontage ou défabrication supplémentaire
^a La probabilité de présence indique la vraisemblance de trouver les substances d'intérêt (voir le Tableau B.1).					
^b La présence de Br (brome) peut indiquer l'utilisation d'un certain retardateur de flamme bromé					

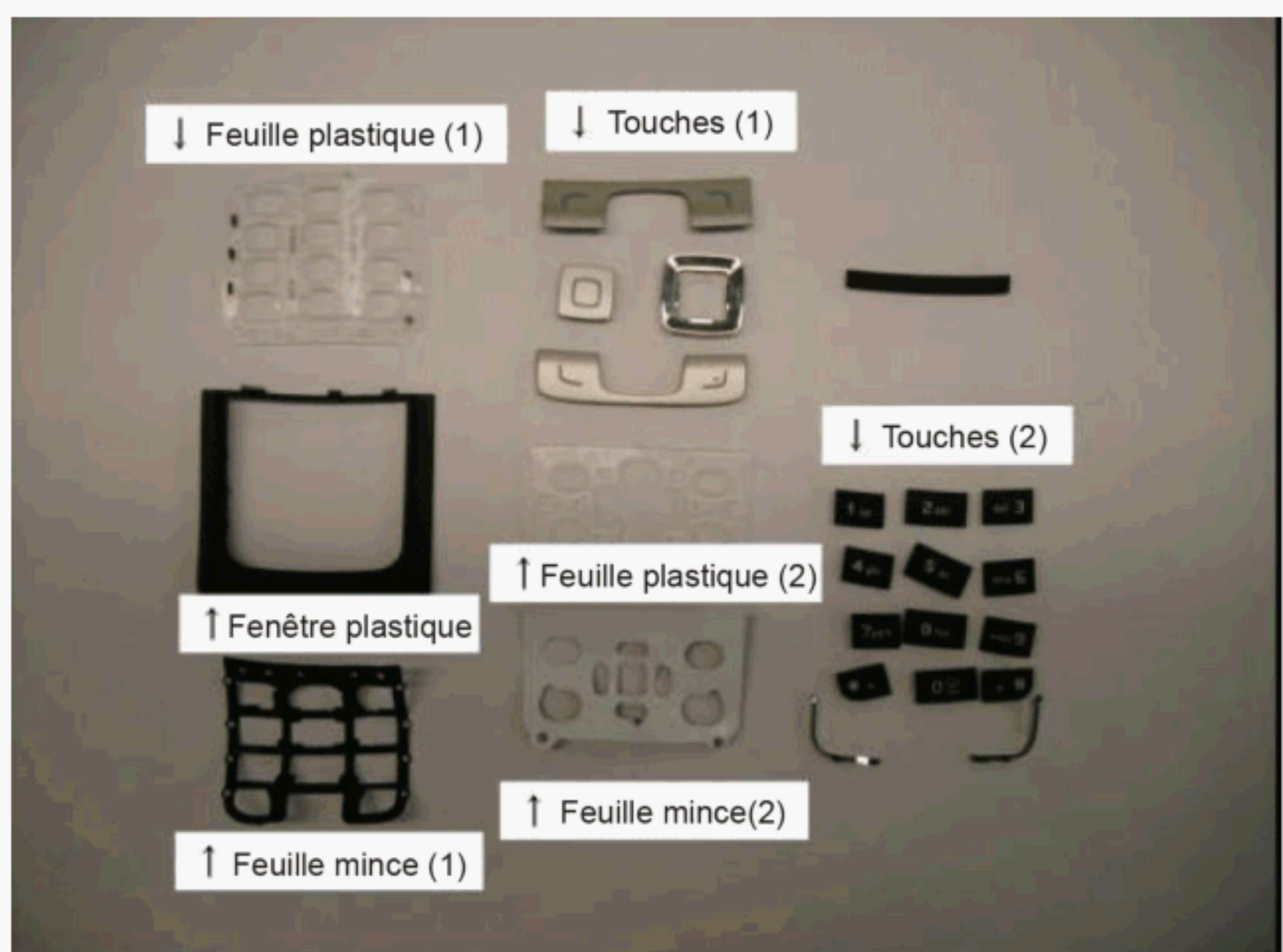
Toutes les pièces du téléphone portable séparées après ce démontage partiel ne sont pas appropriées à une analyse directe. L'écran TFT et la CCI sont des structures complexes, qui contiennent un grand nombre de matériaux différents. Leur construction et leurs dimensions rendent difficile l'analyse des matériaux sans étapes supplémentaires de démontage ou de défabrication, quelle que soit la méthode analytique utilisée. Si toutefois la première étape de l'analyse est une détection par XRF (par fluorescence X), les éléments présents concernant

certaines substances dans ces ensembles complexes peuvent toujours être détectés (voir l'IEC 62321-3-1). Une décision doit alors être prise sur la nécessité d'effectuer un essai de confirmation. Les échantillons 3 et 4 apparaissent comme des matériaux homogènes à soumettre à l'essai directement par XRF dans le premier cas. L'échantillon 2, le clavier, doit être détecté à cette étape pour décider si un démontage supplémentaire est exigé.

E.4 Démontage complet – Téléphone portable type B

Comme cela est indiqué à l'Article E.2 et à l'Article E.3, un très petit nombre de pièces du téléphone portable sont de construction et de composition suffisamment simples pour effectuer une analyse directe significative. Presque toutes les pièces exigent un démontage supplémentaire ou même une défabrication les rendant non fonctionnelles.

L'Article E.6 décrit le démontage complet du téléphone portable de type B. La Figure E.5 et la Figure E.6 représentent le processus de démontage du clavier (Figure E.4), du boîtier de fond (Figure E.5) et des autres matériaux du boîtier ou du châssis (Figure E.6). Ces pièces du téléphone portable peuvent être démontées avec des outils couramment utilisés (voir l'Annexe D) pour obtenir des matériaux presque uniques tels que des plastiques ou des métaux. À nouveau, le choix des échantillons peut être fondé sur la probabilité de présence de certaines substances donnée dans le Tableau B.1 et le Tableau B.2.



IEC

Figure E.4 – Démontage complet du clavier

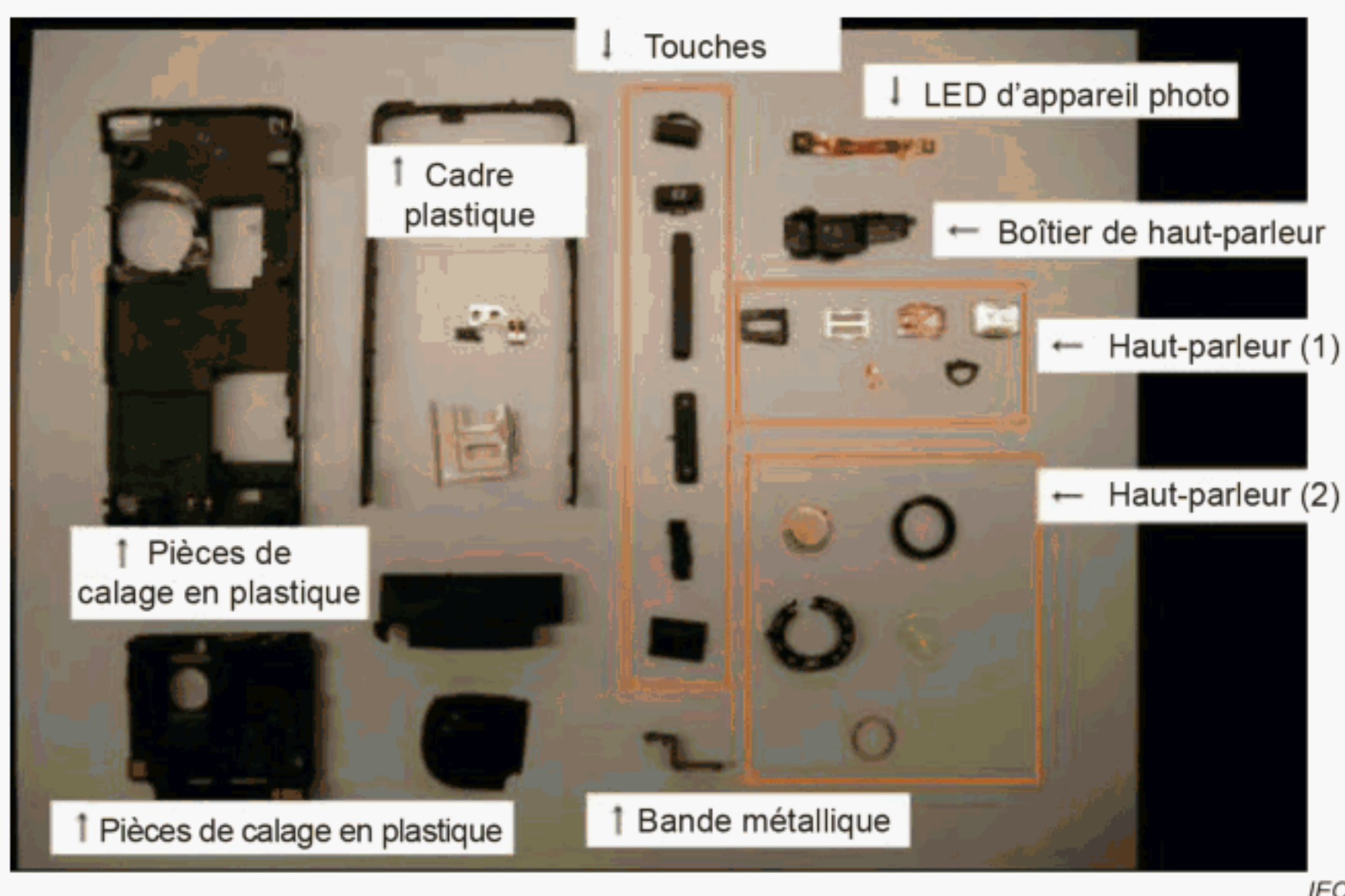


Figure E.5 – Démontage complet du boîtier de fond

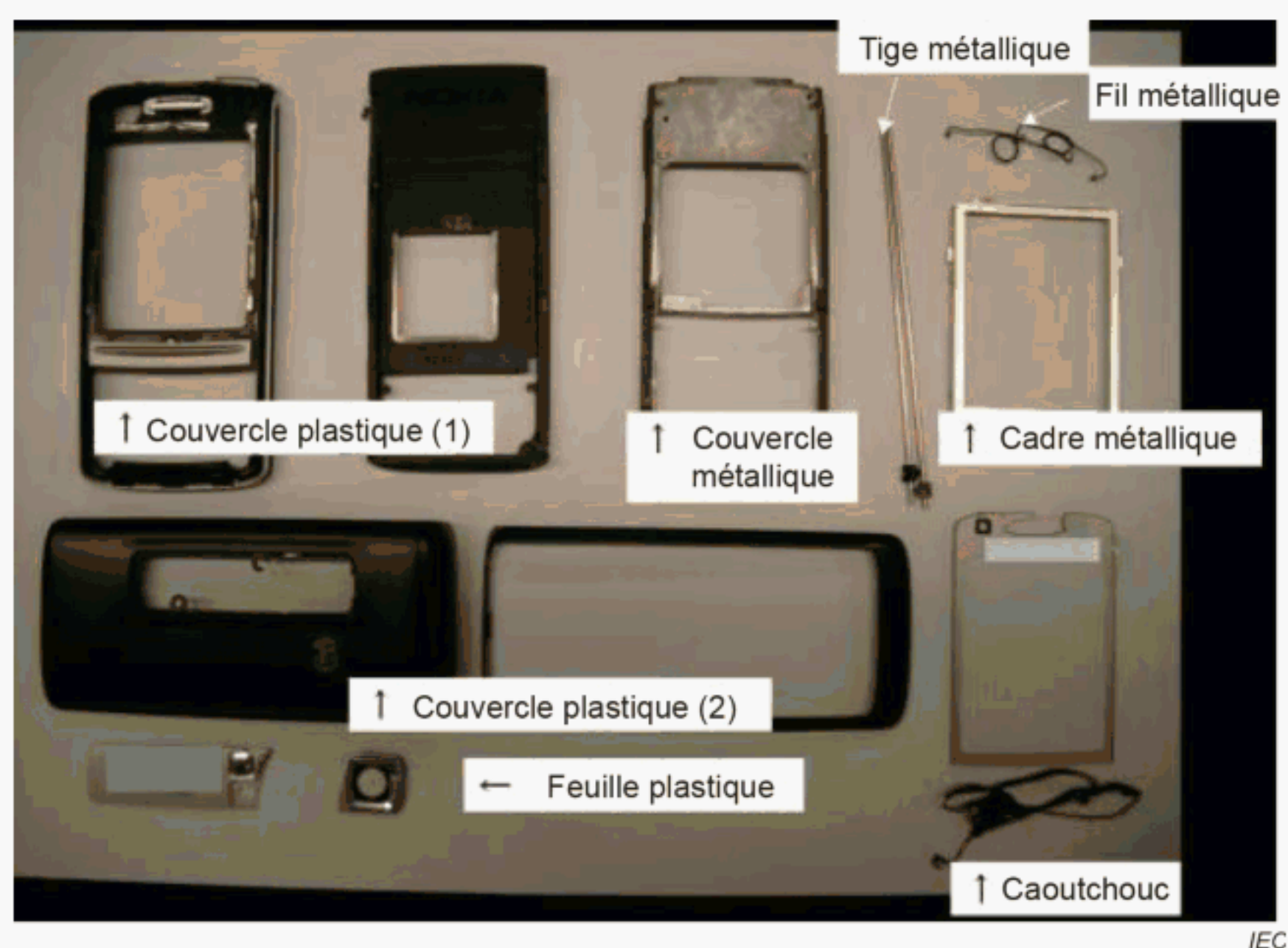
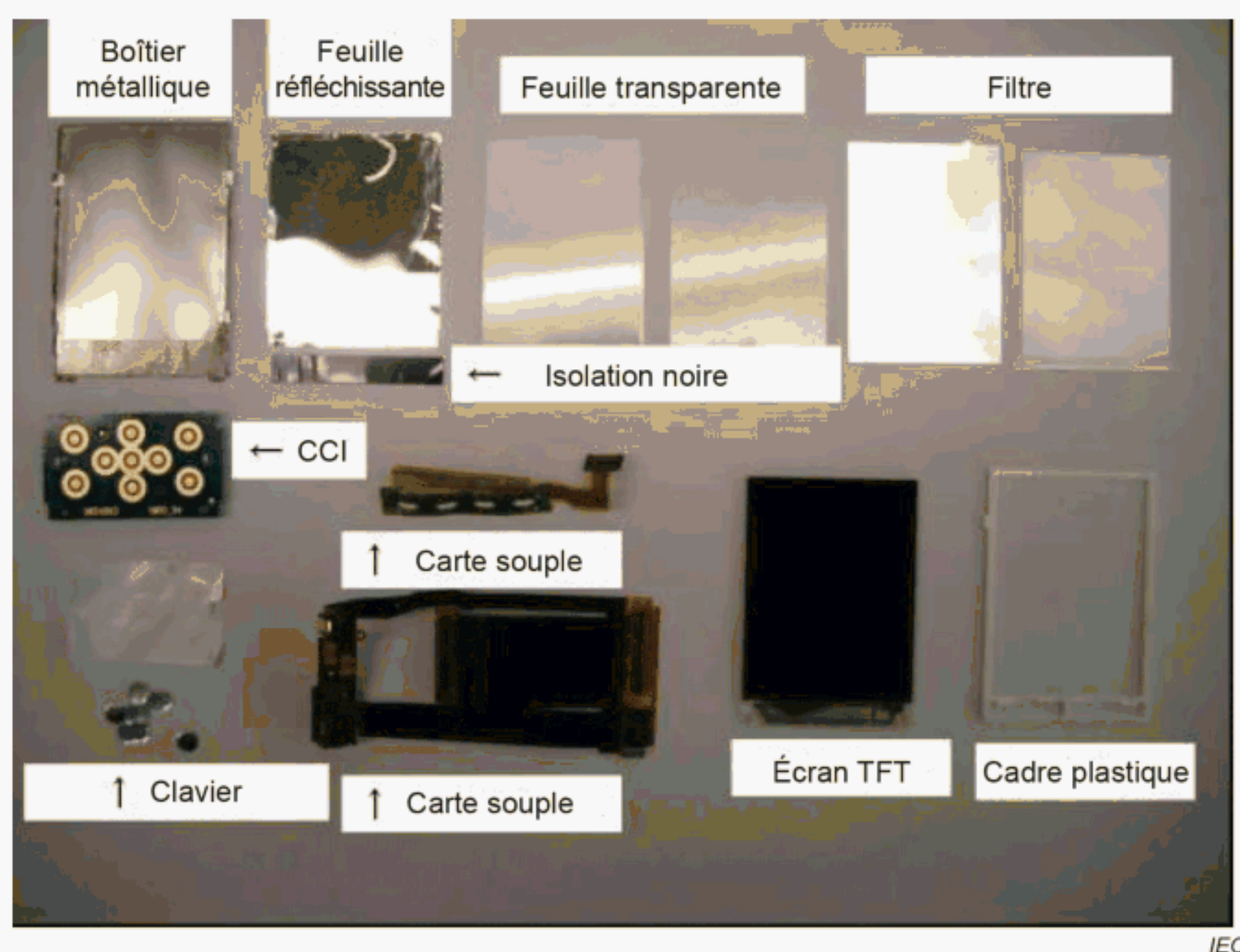


Figure E.6 – Démontage complet de l'autre boîtier ou châssis

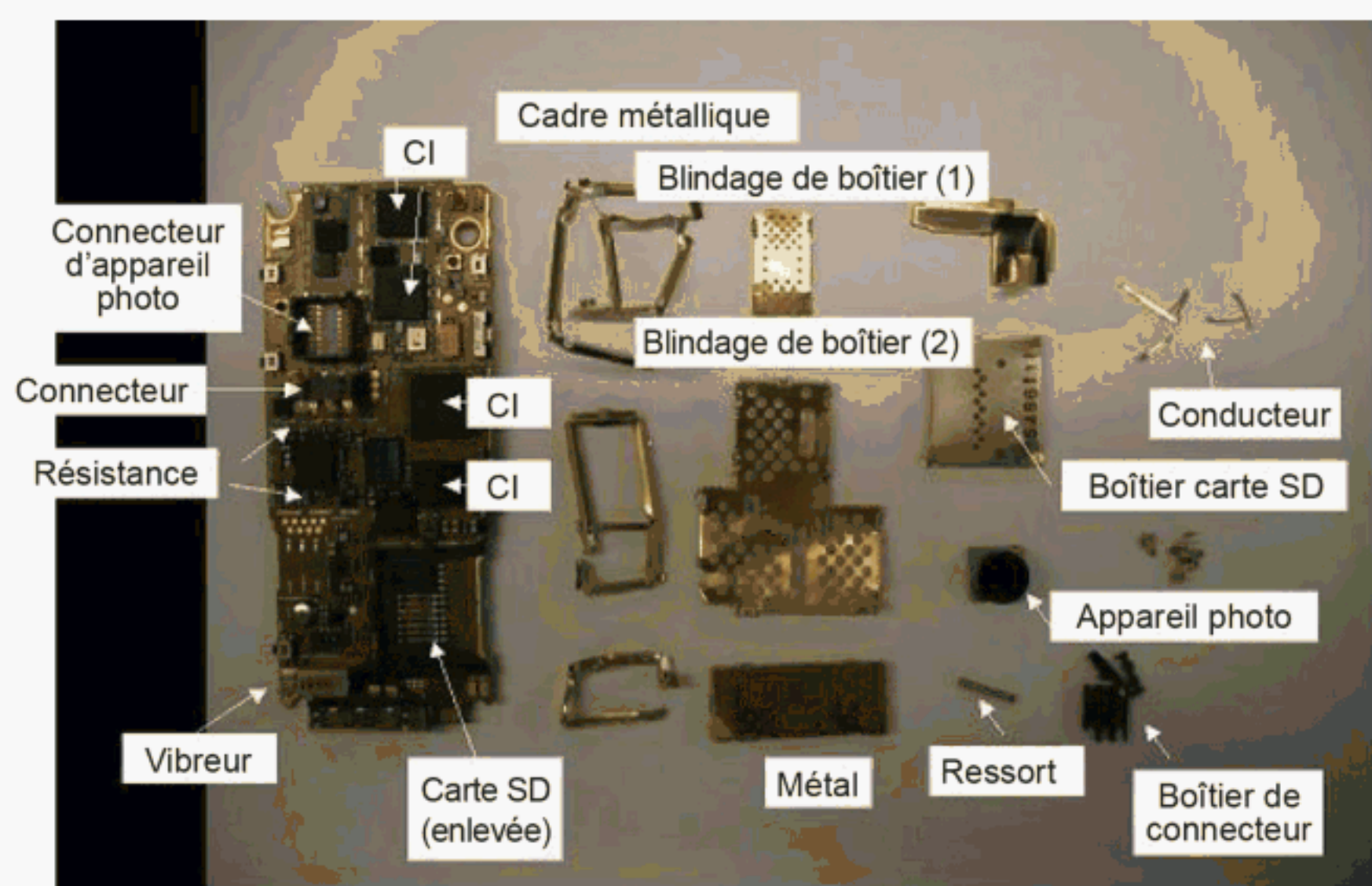
E.5 Défabrication partielle – Téléphone portable type B

La Figure E.7 représente la défabrication partielle de l'écran TFT du téléphone portable de type B (démonté précédemment dans l'Article E.3 et l'Article E.4). La séparation de certaines pièces de l'écran telles que l'enveloppe, l'isolation et le filtre ne peut être réalisée que de manière destructive (défabrication). De façon similaire, la défabrication partielle de la CCI principale de ce téléphone portable en ses pièces est représenté à la Figure E.8. Les outils exigés pour la réalisation de cette défabrication sont des tournevis, un fer à souder et un petit couteau (voir l'Annexe D pour les autres outils).



IEC

Figure E.7 – Pièces de l'écran TFT du téléphone portable (type B) après défabrication partielle



IEC




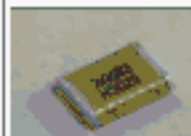

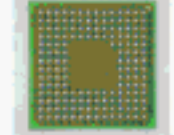

Figure E.8 – Pièces de la CCI principale du téléphone portable (type B) après défabrication partielle

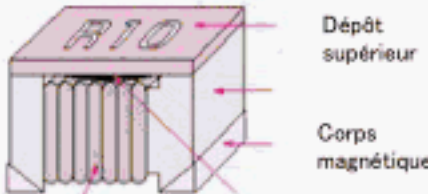
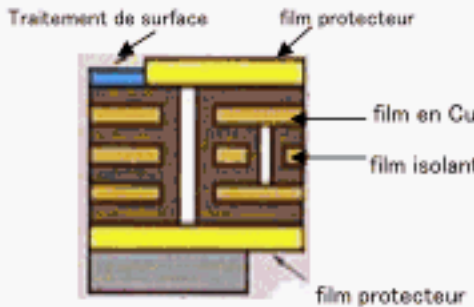
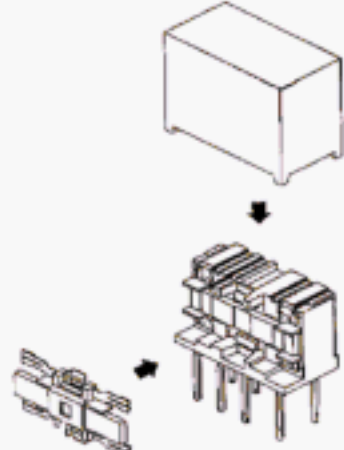
E.6 Défabrication complète – Exemples de défabrication de petites pièces électroniques

Le Tableau E.3 donne des exemples de la structure et des matériaux de petites pièces électroniques types utilisées dans les produits électrotechniques. Ces pièces peuvent être obtenues auprès du fabricant après démontage de la CCI ou auprès d'autres sources équivalentes. Les matériaux peuvent être échantillonnés à partir de la pièce en utilisant des outils appropriés (voir l'Annexe D) en se concentrant sur les matériaux qui ont la plus forte probabilité de présence de certaines substances (voir le Tableau B.1 et le Tableau B.2).

Les exemples du Tableau E.3 représentent l'utilisation actuelle et historique des pièces (par exemple, les circuits intégrés à BGA (boîtier à billes) n'étaient pas utilisés il y a quelques années). Manifestement, même des pièces apparemment simples, par exemple des résistances de trous traversants, peuvent contenir un grand nombre de matériaux différents. Ceci souligne la nécessité d'une planification soignée et de l'élaboration d'une stratégie d'échantillonnage individuelle pour chaque pièce.

Tableau E.3 – Exemples de défabrication pour de petites pièces électroniques types

Ensembles et composants	Structure	Point d'échantillonnage	Matériaux dangereux possibles	Pièce à exemption possible	Procédure d'échantillonnage pour analyse de la méthode d'essai de l'IEC 62321	Considérations ou limitations d'échantillonnage
Résistance	 <p>dépôt supérieur, code de couleur</p> <p>résistance</p> <p>capot métallique</p> <p>conducteur</p> <p>soudure</p>	Conducteur	Pb		Découpe conducteur	N. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Dépôt supérieur	Pb, Cr6+		Grattage	N. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Code de couleur (encre)	Pb, Cr6+		Aucune méthode de défabrication mécanique possible	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Résistance	Pb	Résistance: Pb (verre)	Aucune méthode de défabrication mécanique possible	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
	 <p>film de protection</p> <p>103</p> <p>électrode</p> <p>substrat</p> <p>résistance</p>	Electrode	Pb		Aucune méthode de défabrication mécanique possible	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Film de protection	Pb	Film de protection: Pb (verre)	Aucune méthode de défabrication mécanique possible	N. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
Condensateur	 <p>conducteur</p> <p>emballage</p> <p>manchon, encre</p> <p>boîtier aluminium</p> <p>dispositif</p>	Conducteur	Pb		Découpe conducteur	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Manchon (PVC)	Pb		Grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Encre	Pb, Cr6+		Aucune méthode de défabrication mécanique possible	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
	 <p>Soudure</p> <p>Couche métallique (2)</p> <p>Couche métallique (1)</p>	Soudure	Pb		Aucune méthode de défabrication mécanique possible	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Encre	Pb, Cr6+		Aucune méthode de défabrication mécanique possible	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
Puces de CI	 <p>Fil d'or</p> <p>Composé moulu</p> <p>Colle de fixation de la puce</p> <p>Pastille de fixation de la puce</p> <p>Grille de conducteurs en Cu</p>	Grille de conducteurs	Pb		Découpe conducteur	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Encre	Pb, Cr6+		Aucune méthode de défabrication mécanique possible	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
	 <p>Type à haute température de fusion</p> <p>Puce en silicium</p> <p>Fil d'or</p> <p>Bille de soudure</p>	Bille de soudure	Pb	Soudure: Pb (Type à haute température de fusion)	Aucune méthode de défabrication mécanique possible	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
Connecteurs moulés		Boîtier	PBB/ PBDE		Découpe ou grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Clou de fixation	Pb		Aucune méthode de défabrication mécanique possible	Contamination croisée, n. échantillons pour obtenir une taille d'échantillon adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Contact	Pb		Découpe ou grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon

Ensembles et composants	Structure	Point d'échantillonnage	Matériaux dangereux possibles	Pièce à exemption possible	Procédure d'échantillonnage pour analyse de la méthode d'essai de l'IEC 62321	Considérations ou limitations d'échantillonnage
Bobine		Electrode	Pb	Corps magnétique: Pb (céramique)	Découpe ou grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Dépôt supérieur	Pb, Cr6+, Cd		Grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
Carte souple		Traitement de surface	Pb		Grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
Relais		Capot du boîtier	Pb, Cr6+, Cd		Découpe	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Armature	Pb		Grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Contact fixe (surface)	Pb		Découpe ou grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Borne	Pb		Découpe ou grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Corps	Pb, Cr6+, Cd		Grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Contact fixe	Cd		Découpe ou grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon
		Contact mobile	Cd		Découpe ou grattage	n. échantillons pour obtenir une masse adéquate, temps de préparation de l'échantillon

E.7 Défabrication complète d'un boîtier de circuit intégré à grille de conducteurs;

Cet exemple présente la défabrication d'un boîtier de circuit intégré à grille de conducteurs dont le revêtement de terminaison plaqué à l'étain (Sn) est susceptible de contenir du plomb (Pb).

Étape 1 – Défabrication des conducteurs métalliques du boîtier de circuit intégré à grille de conducteurs

Les conducteurs sont défabriqués du boîtier (Figure E.9a)) en coupant les pièces métalliques qui dépassent du reste du boîtier. Dans ce cas, la procédure de retrait des conducteurs dure 2 h pour 36 boîtiers individuels et fournit 1,2 g d'échantillon métallique.

Pendant la coupe des conducteurs, si les échantillons ne sont pas extraits trop près du corps du boîtier, l'échantillon de conducteur recueilli n'est alors pas contaminé par d'autres matériaux. Un temps de préparation et un nombre d'échantillons considérables sont nécessaires pour obtenir une masse suffisante pour l'analyse de la grille de connexions. Une telle analyse n'est potentiellement réalisable que dans certains laboratoires. La Figure E.9b) représente l'échantillon de conducteur après défabrication.

Étape 2 – Défabrication du boîtier

La Figure E.9c) représente le boîtier après défabrication. Cela suppose que la défabrication est effectuée d'une manière ne provoquant pas de contamination croisée avec d'autres couches de matériau.

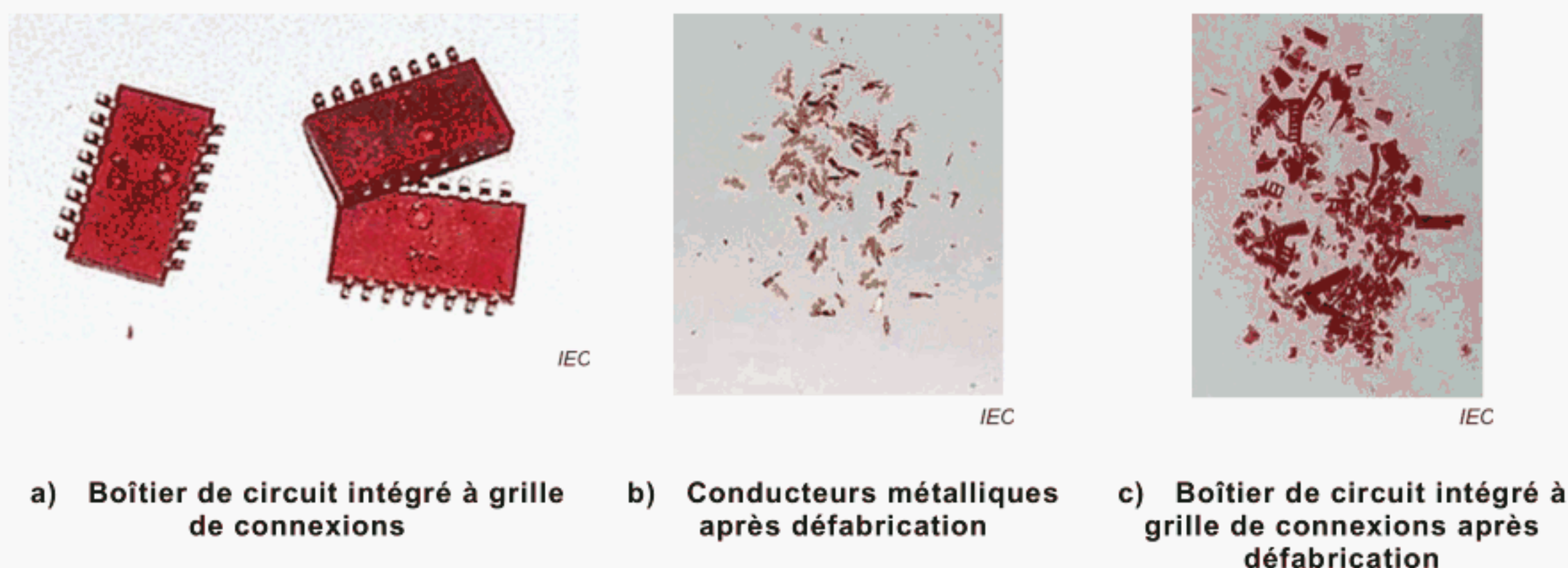


Figure E.9 – Défabrication d'un composant à grille de connexions

E.8 Défabrication complète d'un boîtier à billes (BGA).

E.8.1 Généralités

Un boîtier à billes type (BGA) est constitué de plusieurs couches différentes de matériau: substrat, remplissage inférieur, puce de silicium, plots de soudure C4, pâte de soudure et billes de soudure. La Figure E.10 représente un exemple de boîtier BGA avant défabrication.

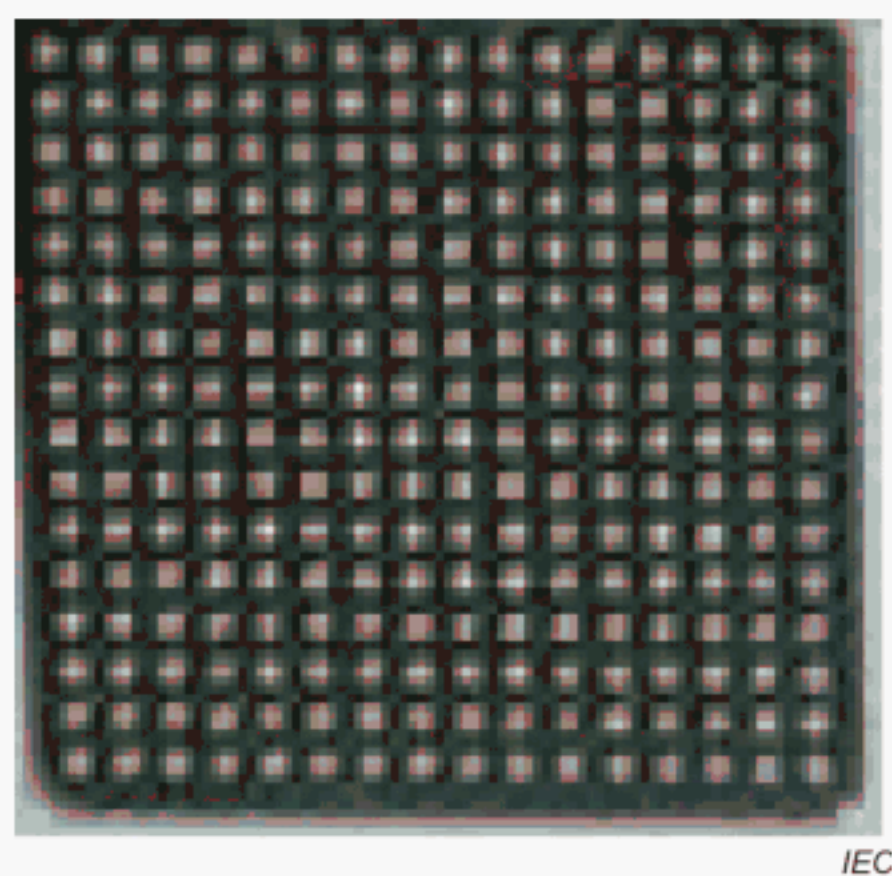
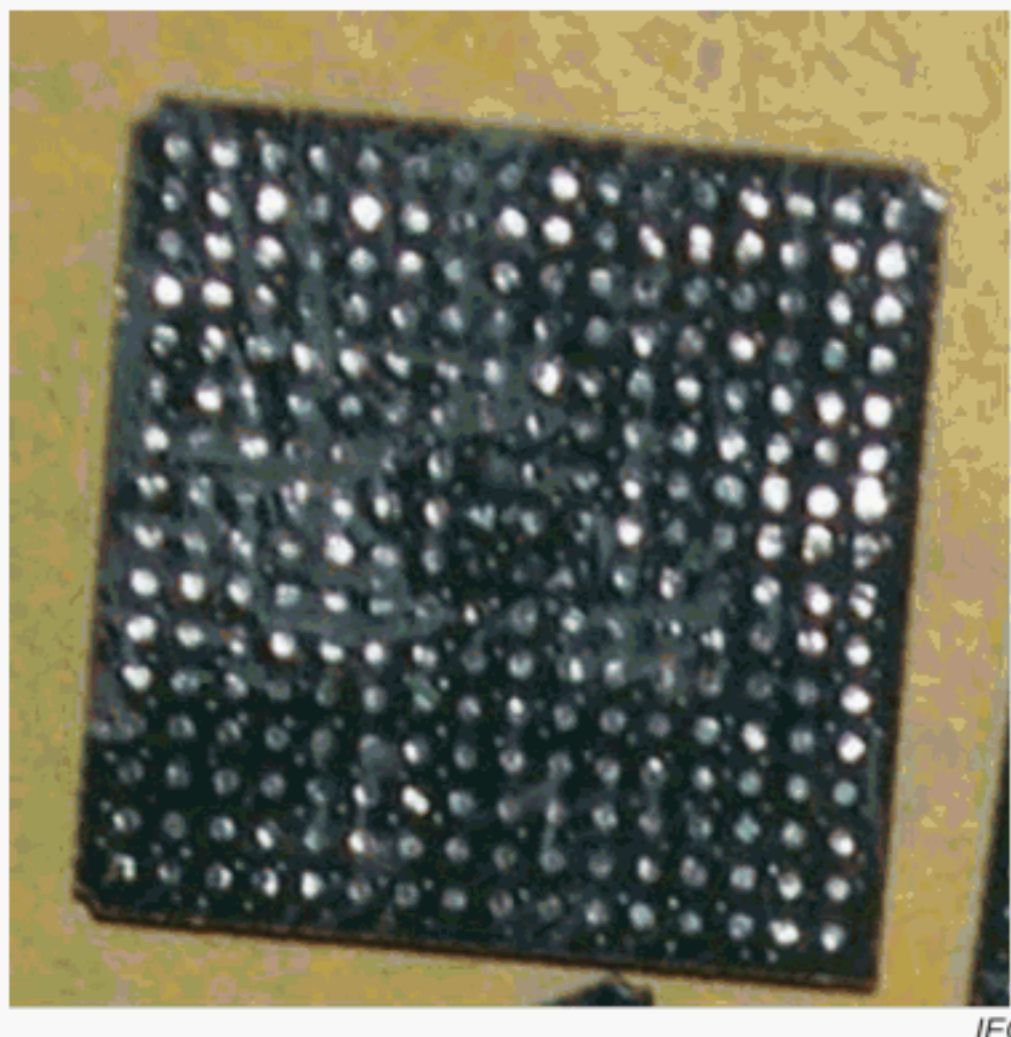


Figure E.10 – Boîtier BGA avant défabrication

E.8.2 Retrait des billes de soudure du boîtier BGA – Procédure de retrait manuel

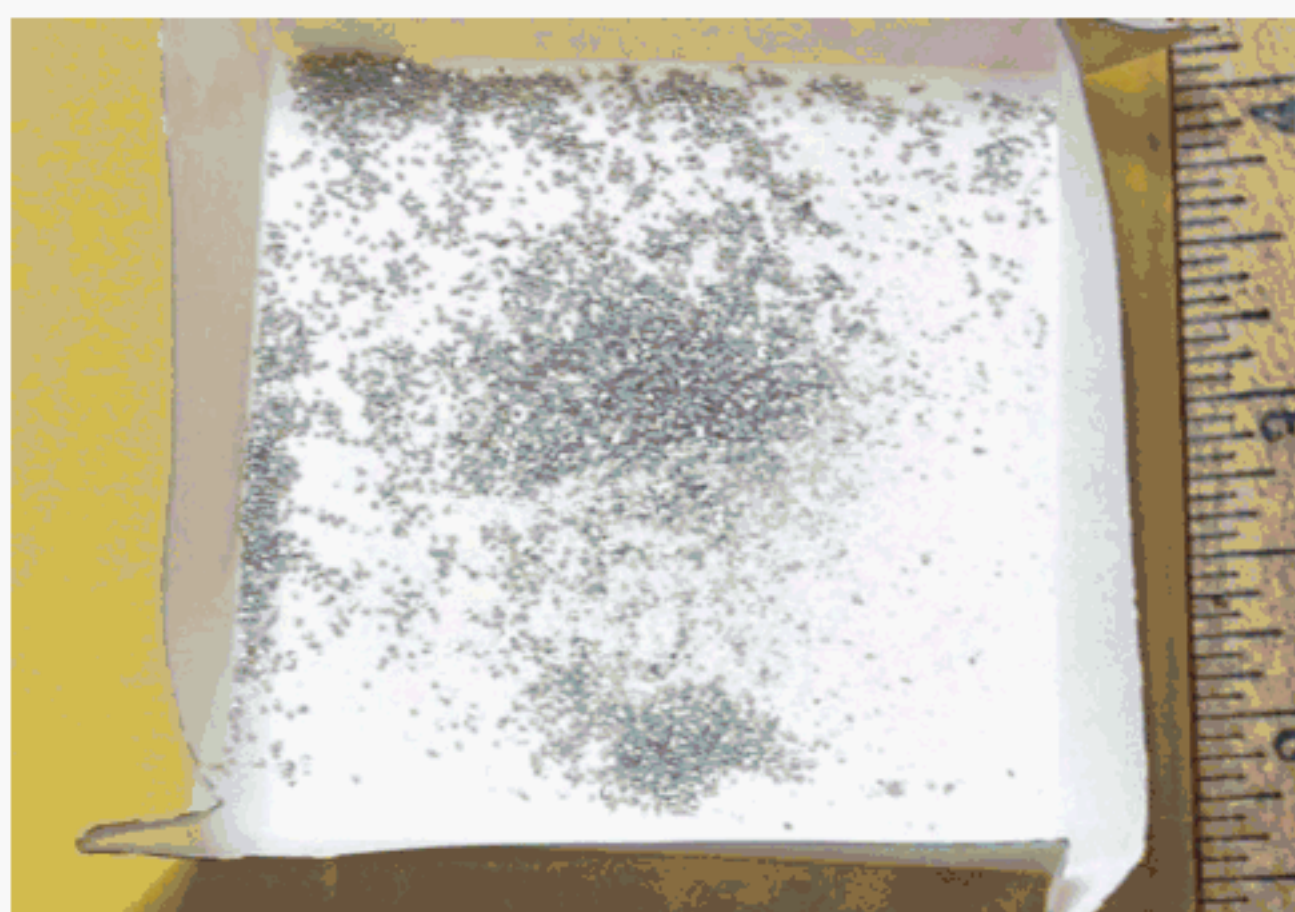


IEC

Figure E.11 – Boîtier BGA défabriquée par la procédure de retrait manuel

Les billes de soudure représentées à la Figure E.10 et à la Figure E.11 sont défabriquées du boîtier BGA par une procédure de retrait manuel utilisant un ustensile coupant pour raser ou couper les billes de soudure du substrat. Même s'il faut veiller à ne pas introduire de substrat, de flux ou de pâte de soudure avec les billes de soudure détachées, il existe une incohérence dans la collecte des billes de soudure en utilisant cette méthode. Certaines billes de soudure ne peuvent être que coupées tandis que d'autres peuvent simplement "sauter" hors du boîtier au lieu d'être coupées ou enlevées par grattage. Comme le représente la Figure E.11, les billes de soudure ne sont pas défabriquées du boîtier d'une manière qui garantit que seul le matériau de la bille de soudure est extrait.

L'utilisation de la procédure de retrait manuel exige 2 h pour enlever les billes de soudure de 15 BGA. La masse de matériau des billes de soudure recueillies n'est que de 1,5 g et contient du flux, de la pâte de soudure et des matériaux de substrat. Ainsi, 45 BGA et 6 h de travail sont exigés pour recueillir la masse minimale exigée d'échantillons de 4,4 g selon 5.7.1.



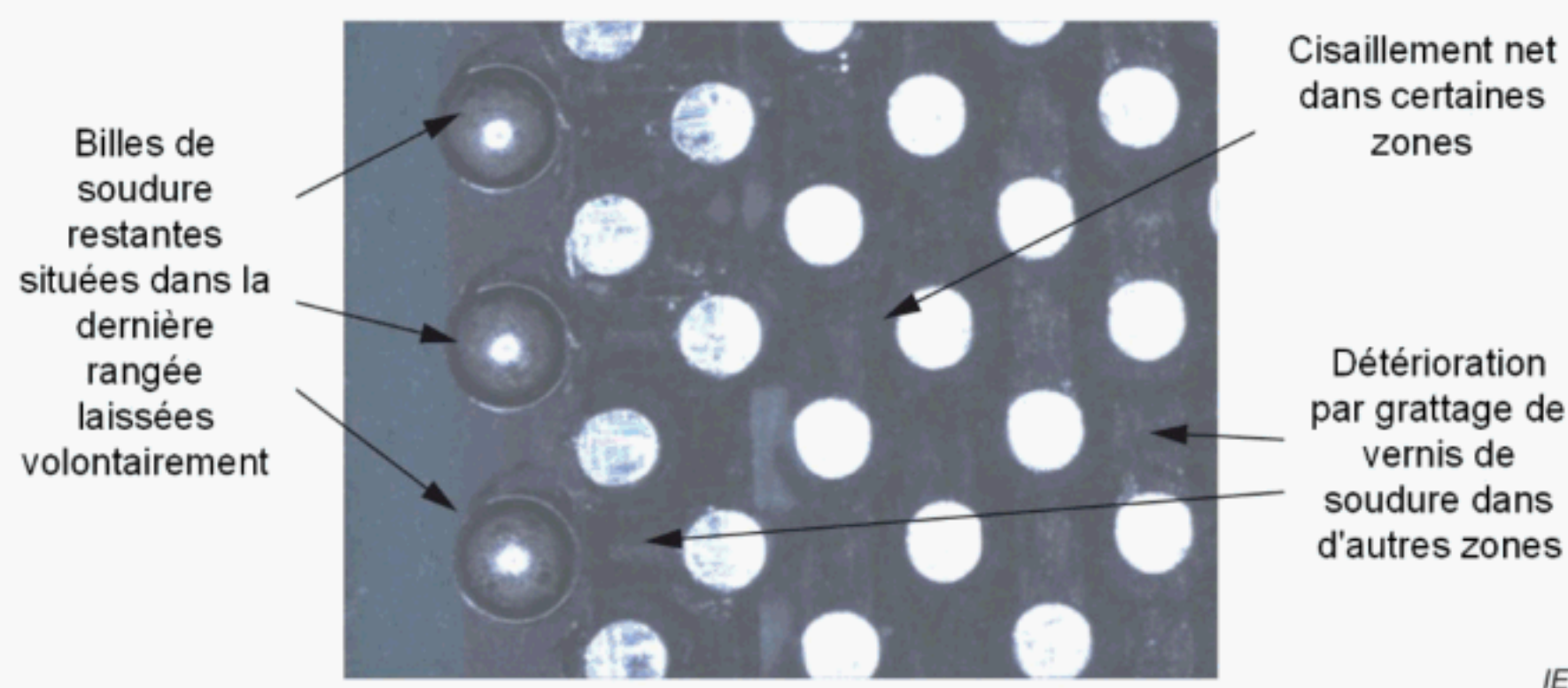
IEC

Figure E.12 – Matériau de bille de soudure recueilli à partir d'un BGA en utilisant une procédure de retrait manuel

La Figure E.12 représente le matériau de bille de soudure recueilli. Toutefois, l'échantillon recueilli en utilisant cette procédure de retrait manuel ne peut pas être considéré comme un matériau de bille de soudure homogène, car il contient d'autres matériaux (par exemple, du flux, des fragments de substrat) recueillis pendant la procédure de défabrication.

E.8.3 Retrait des billes de soudure du boîtier BGA – Procédure de cisaillement des billes de soudure

Étant donné que la procédure de retrait manuel n'est pas en mesure de fournir un échantillon de bille de soudure homogène, une autre technique de retrait de billes de soudure est exigée, à savoir l'essai de résistance au cisaillement de l'IEC 62137-1-2 [6] ou la procédure de cisaillement de billes de soudure JEDEC JESD22-B117 [7]. Bien que cette norme JEDEC n'ait pas été élaborée pour enlever des billes de soudure pour l'analyse de matériaux, il s'agit d'une procédure industrielle utilisée par certaines entreprises dans leurs laboratoires d'assurance et de contrôle qualité (QA/QC - quality assurance/quality control).



IEC

Figure E.13 – Retrait de billes de soudure de BGA en utilisant la procédure de cisaillement des billes

Une fois encore, pour obtenir une masse suffisante d'échantillon pour l'analyse, 45 BGA sont exigés, ce qui signifie 6 h pour la préparation de l'échantillon dans des conditions optimales.

Comme le représente la Figure E.13 ci-dessus, la méthode de cisaillement des billes crée également une contamination par grattage de vernis de soudure avec le matériau de la bille de soudure dans certaines zones ou soulèvement du substrat. Néanmoins, la contamination en utilisant la procédure de cisaillement des billes est significativement moindre qu'avec la procédure de retrait manuel. Toutefois, la contamination reste inévitable et le temps exigé pour obtenir une quantité significative d'échantillon rend cette approche irréalisable.

Bibliographie

- [1] IEC 62554:2011, *Préparation des échantillons en vue de la mesure du niveau de mercure dans les lampes fluorescentes*
- [2] IEC Guide 108, *Guidelines for ensuring the coherence of IEC publications – Horizontal functions, horizontal publications and their application* (disponible en anglais seulement)
- [3] Directive 2011/65/UE du Parlement européen et du Conseil du 8 juin 2011 *relative à la limitation de l'utilisation de certaines substances dangereuses dans les équipements électriques et électroniques*
- [4] IEC 63000:2016, *Documentation technique pour l'évaluation des produits électriques et électroniques par rapport à la restriction des substances dangereuses*
- [5] Base de données 62474 de l'IEC, *Déclaration de matières pour des produits de et pour l'industrie électrotechnique* (disponible à l'adresse <http://std.iec.ch/iec62474>)
- [6] IEC 62137-1-2:2007, *Technologie de montage en surface – Méthodes d'essais d'environnement et d'endurance des joints brasés montés en surface – Partie 1-2: Essai de résistance au cisaillement*
- [7] JEDEC JESD22- B117, *Solder ball shear procedure*

Autres références (non citées dans le texte)

- [8] ISO/IEC Guide 99:2007, *Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*
 - [9] IEC 62239-1:2018, *Gestion des processus pour l'avionique – Plan de gestion – Partie 1: Préparation et maintenance d'un plan de gestion des composants électroniques*
-

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
info@iec.ch
www.iec.ch