IEC 62321

Edition 1.0 2008-12

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Electrotechnical products – Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers)

Produits électrotechniques – Détermination des niveaux de six substances réglementées (plomb, mercure, cadmium, chrome hexavalent, diphényles polybromés, diphényléthers polybromés)



IEC 62321:2008

THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2008 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.
Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembé
CH-1211 Geneva 20
Switzerland
Email: inmail@iec.ch
Web: 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 corrigenda or an amendment might have been published.

- Catalogue of IEC publications: www.iec.ch/searchpub
The IEC on-line Catalogue enables you to search by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,…). It also gives information on projects, withdrawn and replaced publications.
- IEC Just Published: www.iec.ch/online_news/justpub
Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details twice a month all new publications released. Available on-line and also by email.
- Electropedia: www.electropedia.org
The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 20 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary online.
- Customer Service Centre: www.iec.ch/webstore/custserv
If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please visit the Customer Service Centre FAQ or contact us:
Email: csc@iec.ch
Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) 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 CEI

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

- Catalogue des publications de la CEI: www.iec.ch/searchpub/cur_fut-f.htm
Le Catalogue en-ligne de la CEI vous permet d'effectuer des recherches en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,…). Il donne aussi des informations sur les projets et les publications retirées ou remplacées.
- Just Published CEI: www.iec.ch/online_news/justpub
Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille deux fois par mois les nouvelles publications parues. Disponible en-ligne et aussi par email.
- Electropedia: www.electropedia.org
Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 20 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International en ligne.
- Service Clients: www.iec.ch/webstore/custserv/custserv_entry-f.htm
Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions, visitez le FAQ du Service clients ou contactez-nous:
Email: csc@iec.ch
Tél.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

IEC 62321

Edition 1.0 2008-12

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Electrotechnical products – Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers)

Produits électrotechniques – Détermination des niveaux de six substances réglementées (plomb, mercure, cadmium, chrome hexavalent, diphényles polybromés, diphényléthers polybromés)

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX XE

ICS 13.020; 43.040.10

ISBN 2-8318-1020-7

® Registered trademark of the International Electrotechnical Commission
Marque déposée de la Commission Electrotechnique Internationale

CONTENTS

FOREWORD 6
INTRODUCTION 8
1 Scope 9
2 Normative references 9
3 Terms, definitions and abbreviations 10
3.1 Terms and definitions 10
3.2 Abbreviations 11
4 Test methods – Overview 13
4.1 Field of application 13
4.2 Sample 13
4.3 Test methods – Flow chart 14
4.4 Adjustment to the matrix 15
4.5 Limits of detection (LOD) and limits of quantification (LOQ) 15
4.6 Test report 16
4.7 Alternative test methods 16
5 Mechanical sample preparation 17
5.1 Overview 17
5.1.1 Field of application 17
5.1.2 Quality assurance 17
5.2 Apparatus, equipment and materials 17
5.3 Procedure 18
5.3.1 Manual cutting 18
5.3.2 Coarse grinding/milling 18
5.3.3 Homogenizing 18
5.3.4 Fine grinding/milling 18
5.3.5 Very fine grinding of polymers and organic materials 19
6 Screening by X-ray fluorescence spectrometry (XRF) 19
6.1 Overview 19
6.1.1 Principle 21
6.1.2 Warnings 22
6.2 Apparatus, equipment and materials 22
6.2.1 XRF spectrometer 22
6.2.2 Materials and tools 22
6.3 Reagents 22
6.4 Sampling 22
6.4.1 Non-destructive approach 22
6.4.2 Destructive approach 23
6.5 Procedure 23
6.5.1 General 23
6.5.2 Preparation of the spectrometer 23
6.5.3 Test portion 24
6.5.4 Verification of spectrometer performance 24
6.5.5 Tests 25
6.5.6 Calibration 25
6.6 Calculations 26
6.7 Evaluation of the method 27

6.7.1 Lead 27
6.7.2 Mercury 27
6.7.3 Cadmium 27
6.7.4 Chromium 27
6.7.5 Bromine 28
6.8 Quality control 28
6.8.1 Accuracy of calibration 28
6.8.2 Control samples 28
6.9 Special cases 28
6.9.1 Presentation of a sample for measurement 28
6.9.2 Uniformity of the sample 29
7 Determination of mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS 30
7.1 Overview 30
7.2 Apparatus, equipment and materials 31
7.3 Reagents 32
7.4 Sample preparation 33
7.4.1 Test portion 33
7.4.2 Wet digestion (digestion of electronics) 33
7.4.3 Microwave digestion 34
7.4.4 Preparation of laboratory reagent blank 34
7.5 Test procedure 34
7.5.1 Preparation of calibrant solutions 34
7.5.2 Development of the calibration curve 35
7.5.3 Measurement of the sample 36
7.5.4 Calculation 36
7.6 Evaluation of the method 36
8 Determination of lead and cadmium in polymers by ICP-OES, ICP-MS and AAS 37
8.1 Overview 37
8.2 Apparatus, equipment and materials 38
8.3 Reagents 39
8.4 Sample preparation 40
8.4.1 Test portion 40
8.4.2 Preparation of test solution 40
8.4.3 Preparation of laboratory reagent blank 42
8.5 Test procedure 42
8.5.1 Preparation of calibration solution 42
8.5.2 Development of the calibration curve 43
8.5.3 Measurement of the sample 43
8.5.4 Calculation 44
8.6 Evaluation of the method 44
9 Determination of lead and cadmium in metals by ICP-OES, ICP-MS and AAS 44
9.1 Overview 44
9.2 Apparatus, equipment and materials 45
9.3 Reagents 45
9.4 Sample preparation 46
9.4.1 Test portion 46
9.4.2 Preparation of the test sample solution 47
9.5 Preparation of laboratory reagent blank 48

9.6 Test procedure 48
9.6.1 Preparation of the calibrant 48
9.6.2 Measurement of the calibrant 49
9.6.3 Measurement of the sample 49
9.6.4 Calculation 50
9.7 Evaluation of the method 50
10 Determination of lead and cadmium in electronics by ICP-OES, ICP-MS and AAS 50
10.1 Overview 50
10.2 Apparatus, equipment and materials 51
10.3 Reagents 52
10.4 Sample preparation 53
10.4.1 Test portion 53
10.4.2 Digestion with aqua regia 53
10.4.3 Microwave digestion 54
10.5 Test procedure 55
10.5.1 Preparation of a calibrant solution 55
10.5.2 Standard preparation 55
10.5.3 Calibration 56
10.5.4 Development of the calibration curve 56
10.5.5 Measurement of the sample 57
10.5.6 Calculation 57
10.6 Evaluation of the method 58
Annex A (informative) Determination of PBB and PBDE in polymers by GC-MS 59
Annex B (informative) Test for the presence of hexavalent chromium (Cr(VI)) in colourless and coloured corrosion-protected coatings on metals 75
Annex C (Informative) Determination of hexavalent chromium (Cr(VI)) in polymers and electronics by the colorimetric method 80
Annex D (informative) Practical application of screening by X-ray fluorescence spectrometry (XRF) 88
Annex E (informative) Practical application of determination of mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS 95
Annex F (informative) Practical application of determination of lead and cadmium in polymers by ICP-OES, ICP-MS and AAS 97
Annex G (informative) Practical application of determination of lead and cadmium in metals by ICP-OES, ICP-MS and AAS 99
Annex H (informative) Practical application of determination of lead and cadmium in electronics by ICP-OES, ICP-MS and AAS 102
Bibliography 106

Figure 1 – Flow chart of the test methods 14
Figure A.1 – Total ion chromatogram of PBDE mixture, BDE-1 to BDE-206 (5 μg/ml), BDE-209 (50 μg/ml) 73
Figure A.2 – Total ion chromatogram of PBB mixture (3,5 μg/ml) 74
Figure A.3 – Total ion chromatogram of PBB and PBDE mixtures (BDE-1 to BDE-206 5 μg/ml, BDE-209 5,0 μg/ml, PBBs 3,5 μg/ml) 74
Figure E.1 – Heating digester equipped with reaction vessel, reflux cooler and absorption vessel 95
Figure G.1 – Background correction 100
Figure H.1 – Background correction 104

Table 1 – Overview of the content of the verification procedure 15
Table 2 – Tested concentration ranges for lead in materials 20
Table 3 – Tested concentration ranges for mercury in materials 20
Table 4 – Tested concentration ranges for cadmium in materials 20
Table 5 – Tested concentration ranges for total chromium in materials 20
Table 6 – Tested concentration ranges for bromine in materials 20
Table 7 – Recommended X-ray lines for individual analytes 24
Table 8 – Mean results and recovery rates of mercury obtained in the IIS2 study 37
Table A.1 – Matrix spiking solution 61
Table A.2 – Calibration solutions of PBBs and PBDEs 62
Table A.3 – Reference masses for the quantification of PBBs 67
Table A.4 – Reference masses for the quantification of PBDEs 67
Table A.5 – Example calculation 68
Table A.6 – Example list of commercially available calibration congeners considered suitable for this analysis 71
Table A.7 – PBB and PBDE congeners in the mixture 72
Table C.1 – Method detection limit = $t \times s_{n-1}$ 86
Table D.1 – Effect of matrix composition on limits of detection of some controlled elements 89
Table D.2 – Screening limits in mg/kg for regulated elements in various matrices 90
Table D.3 – Mean results and recovery rates for lead obtained in the IIS2 study 91
Table D.4 – Mean results and recovery rates for mercury obtained in the IIS2 study 92
Table D.5 – Mean results and recovery rates for cadmium obtained in the IIS2 study 92
Table D.6 – Mean results and recovery rates for total chromium obtained in the IIS2 study 93
Table D.7 – Mean results and recovery rates for total bromine obtained in the IIS2 study 94
Table E.1 – Program for microwave digestion of samples (power output for five vessels) 96
Table F.1 – Spectral interferences for the wavelengths of cadmium and lead 97
Table F.2 – Examples of mass/charge (m/z) ratios 98
Table F.3 – Examples of wavelengths for AAS 98
Table G.1 – Spectral interferences for the wavelengths of cadmium and lead 99
Table G.2 – Examples of mass/charge (m/z) ratios 101
Table G.3 – Examples for wavelengths for AAS 101
Table H.1 – Program for microwave digestion of samples[a] 102
Table H.2 – Spectral interferences for the wavelengths of cadmium and lead 103
Table H.3 – Examples of mass/charge (m/z) ratios 105
Table H.4 – Examples of wavelengths for AAS 105

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

ELECTROTECHNICAL PRODUCTS – DETERMINATION OF LEVELS OF SIX REGULATED SUBSTANCES (LEAD, MERCURY, CADMIUM, HEXAVALENT CHROMIUM, POLYBROMINATED BIPHENYLS, POLYBROMINATED DIPHENYL ETHERS)

FOREWORD

1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organisation for standardisation comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardisation in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the 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 organisations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organisation for Standardisation (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organisations.
2) The formal decisions or agreements of the 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, the 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) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be held responsible for any product declared to be in conformity with an IEC Publication.
6) All users shall ensure that they have the latest edition of this publication.
7) No liability shall attach to the 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. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

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

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
111/116/FDIS	111/125/RVD

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

This publication has been drafted in accordance with ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the maintenance result date indicated on the IEC web site under "http://webstore.iec.ch" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

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

INTRODUCTION

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

The use of certain substances such as lead (Pb), mercury (Hg), cadmium (Cd), hexavalent chromium (Cr(VI)) contained in inorganic and organic compounds, and two types of brominated flame retardants, polybrominated biphenyls (PBB) and polybrominated diphenyl ethers (PBDE) in electrotechnical products, is regulated in current and proposed regional legislation.

The purpose of IEC 62321 is therefore to provide test methods that will allow the electrotechnical industry to determine the levels of regulated substances Pb, Hg, Cd, Cr(VI) and their compounds, as well as PBB and PBDE in electrotechnical products on a consistent global basis.

ELECTROTECHNICAL PRODUCTS – DETERMINATION OF LEVELS OF SIX REGULATED SUBSTANCES (LEAD, MERCURY, CADMIUM, HEXAVALENT CHROMIUM, POLYBROMINATED BIPHENYLS, POLYBROMINATED DIPHENYL ETHERS)

1 Scope

IEC 62321, which is an International Standard, specifies the determination of the levels of lead (Pb), mercury (Hg), cadmium (Cd), hexavalent chromium (Cr(VI)) contained in inorganic and organic compounds, and two types of brominated flame retardants, polybrominated biphenyls (PBB) and polybrominated diphenyl ethers (PBDE) contained in electrotechnical products.

This standard refers to the sample as the object to be processed and measured. The nature of the sample and the manner in which it is acquired is defined by the entity carrying out the tests and not by this standard.

NOTE 1 Further guidance on obtaining representative samples from finished electronic products to be tested for levels of regulated substances may be found in the future IEC Publicly Available Specification (PAS) for sampling disjointment[1].

It is noted that the selection of the sample may affect the interpretation of the test results.

This standard does not determine:

- the definition of a “unit” or “homogenous material” as the sample;
- the disassembly procedure employed for obtaining a sample;
- assessment procedures.

NOTE 2 Further guidance on assessment procedures may be found in the future IEC Technical Specification IEC/TS 62476[1][2].

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application 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.

ISO/IEC Guide 98:1995, *ISO Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM*)

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*

ISO 5961, *Water quality – Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry*

ISO 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

---

1 Under consideration, no number yet assigned.

2 Figures in square brackets refer to the bibliography.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 115
INTRODUCTION 117
1 Domaine d'application 118
2 Références normatives 118
3 Termes, définitions et abréviations 119
3.1 Termes et définitions 119
3.2 Abréviations 120
4 Méthodes d'essai – Présentation 122
4.1 Champ d'application 122
4.2 Echantillon 123
4.3 Méthodes d'essai – Organigramme 123
4.4 Adaptation à la matrice 125
4.5 Limites de détection (LOD) et limites de quantification (LOQ) 125
4.6 Rapport d'essai 126
4.7 Autres méthodes d'essai 127
5 Préparation mécanique de l'échantillon 127
5.1 Présentation 127
5.1.1 Champ d'application 127
5.1.2 Assurance qualité 127
5.2 Appareillage, équipements et matériaux 128
5.3 Mode opératoire 128
5.3.1 Coupe manuelle 128
5.3.2 Broyage primaire 128
5.3.3 Homogénéisation 129
5.3.4 Broyage fin 129
5.3.5 Broyage très fin des polymères et matières organiques 129
6 Détection par spectrométrie par fluorescence X (XRF) 129
6.1 Présentation 129
6.1.1 Principe 132
6.1.2 Avertissements 132
6.2 Appareillage, équipements et matériaux 133
6.2.1 Spectromètre XRF 133
6.2.2 Matériaux et outils 133
6.3 Réactifs 133
6.4 Echantillonnage 133
6.4.1 Approche non destructive 133
6.4.2 Approche destructive 134
6.5 Mode opératoire 134
6.5.1 Généralités 134
6.5.2 Préparation du spectromètre 134
6.5.3 Prise d'essai 135
6.5.4 Vérification des performances du spectromètre 135
6.5.5 Essais 136
6.5.6 Etalonnage 136
6.6 Calculs 137
6.7 Evaluation de la méthode 138

6.7.1 Plomb 138
6.7.2 Mercure 139
6.7.3 Cadmium 139
6.7.4 Chrome 139
6.7.5 Brome 139
6.8 Contrôle de la qualité 139
6.8.1 Exactitude de l'étalonnage 139
6.8.2 Echantillons témoins 140
6.9 Cas spéciaux 140
6.9.1 Présentation d'un échantillon à mesurer 140
6.9.2 Uniformité de l'échantillon 141
7 Détermination du mercure dans les polymères, métaux et produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS 142
7.1 Présentation 142
7.2 Appareillage, équipements et matériaux 143
7.3 Réactifs 144
7.4 Préparation des échantillons 145
7.4.1 Prise d'essai 145
7.4.2 Digestion par voie humide (digestion de produits électroniques) 146
7.4.3 Digestion aux micro-ondes 146
7.4.4 Préparation du réactif témoin de laboratoire 147
7.5 Procédure d'essai 147
7.5.1 Préparation des solutions d'étalonnage 147
7.5.2 Elaboration de la courbe d'étalonnage 147
7.5.3 Mesure de l'échantillon 148
7.5.4 Calcul 148
7.6 Evaluation de la méthode 149
8 Détermination du plomb et du cadmium dans des polymères par ICP-OES, ICP-MS et AAS 149
8.1 Présentation 149
8.2 Appareillage, équipements et matériaux 150
8.3 Réactifs 151
8.4 Préparation des échantillons 152
8.4.1 Prise d'essai 152
8.4.2 Préparation de la solution d'essai 153
8.4.3 Préparation du réactif témoin de laboratoire 155
8.5 Procédure d'essai 155
8.5.1 Préparation de la solution d'étalonnage 156
8.5.2 Elaboration de la courbe d'étalonnage 156
8.5.3 Mesure de l'échantillon 157
8.5.4 Calcul 157
8.6 Evaluation de la méthode 157
9 Détermination du plomb et du cadmium dans les métaux par ICP-OES, ICP-MS et AAS 158
9.1 Présentation 158
9.2 Appareillage, équipements et matériaux 158
9.3 Réactifs 159
9.4 Préparation des échantillons 160
9.4.1 Prise d'essai 160

9.4.2 Préparation de la solution d'échantillon d'essai 160
9.5 Préparation du réactif témoin de laboratoire 162
9.6 Procédure d'essai 162
9.6.1 Préparation de l'étalon 162
9.6.2 Mesure de l'étalon 163
9.6.3 Mesure de l'échantillon 163
9.6.4 Calcul 164
9.7 Evaluation de la méthode 164
10 Détermination du plomb et du cadmium dans les produits électroniques par ICP-OES, ICP-MS et AAS 164
10.1 Présentation 164
10.2 Appareillage, équipements et matériaux 165
10.3 Réactifs 166
10.4 Préparation des échantillons 167
10.4.1 Prise d'essai 168
10.4.2 Digestion à l'eau régale 168
10.4.3 Digestion aux micro-ondes 168
10.5 Procédure d'essai 169
10.5.1 Préparation d'une solution d'étalonnage 170
10.5.2 Préparation de l'étalon 170
10.5.3 Etalonnage 171
10.5.4 Elaboration de la courbe d'étalonnage 171
10.5.5 Mesure de l'échantillon 172
10.5.6 Calcul 172
10.6 Evaluation de la méthode 173
Annexe A (informative) Détermination du PBB et du PBDE présents dans les polymères par la méthode GC-MS 174
Annexe B (informative) Essai de détermination de la présence de chrome hexavalent (Cr(VI)) dans les revêtements incolores et colorés de protection anticorrosion appliqués sur les métaux 190
Annexe C (informative) Détermination du chrome hexavalent (Cr VI) dans des polymères et des produits électroniques par la méthode colorimétrique 195
Annexe D (informative) Application pratique de détection par spectrométrie par fluorescence X (XRF) 203
Annexe E (informative) Application pratique de la détermination du mercure dans les polymères, les métaux et les produits électroniques par CV-AAS, AFS, ICP-OES et ICP-MS 211
Annexe F (informative) Application pratique de la détermination du plomb et du cadmium dans les polymères par ICP-OES, ICP-MS et AAS 213
Annexe G (informative) Application pratique de la détermination du plomb et du cadmium dans les métaux par ICP-OES, ICP-MS et AAS 215
Annexe H (informative) Application pratique de la détermination du plomb et du cadmium dans les produits électroniques par ICP-OES, ICP-MS et AAS 219
Bibliographie 223

Figure 1 – Organigramme des méthodes d'essai 123
Figure A.1 – Chromatogramme d'ionisation totale du mélange PBDE, BDE-1 à BDE-206 (5 µg/ml), BDE-209 (50 µg/ml) 188
Figure A.2 – Chromatogramme d'ionisation totale du mélange PBB (3,5 µg/ml) 189

Figure A.3 – Chromatogramme d'ionisation totale des mélanges PBB et PBDE (BDE-1 à BDE-206, 5 µg/ml, BDE-209, 5,0 µg/ml, PBB, 3,5 µg/ml) 189
Figure E.1 – Digesteur chauffant équipé d'un récipient de réaction, d'un réfrigérant à reflux et d'un récipient d'absorption 211
Figure G.1 – Correction de fond 217
Figure H.1 – Correction de fond 221

Tableau 1 – Récapitulatif du contenu de la procédure d'essai de vérification 125
Tableau 2 – Plages de concentration de plomb soumises à l'essai dans des matériaux 130
Tableau 3 – Plages de concentration de mercure soumises à l'essai dans des matériaux 130
Tableau 4 – Plages de concentration de cadmium soumises à l'essai dans des matériaux 130
Tableau 5 – Plages de concentration de chrome total soumises à l'essai dans des matériaux 131
Tableau 6 – Plages de concentration de brome soumises à l'essai dans des matériaux 131
Tableau 7 – Raies de rayon X recommandées pour les analytes individuels 135
Tableau 8 – Résultats moyens et taux de rétablissement pour le mercure obtenus au cours de l'étude IIS2 149
Tableau A.1 – Solution de dopage de la matrice 176
Tableau A.2 – Solutions d'étalonnage de PBB et PBDE 178
Tableau A.3 – Masses de référence pour la quantification des PBB 182
Tableau A.4 – Masses de référence pour la quantification des PBDE 182
Tableau A.5 – Exemple de calcul 183
Tableau A.6 – Exemple de liste de congénères d'étalonnage disponibles dans le commerce et considérés appropriés pour la présente analyse 186
Tableau A.7 – Congénères PBB et PBDE dans le mélange 188
Tableau C.1 – Limite de détection de la méthode = $t \times s_{n-1}$ 202
Tableau D.1 – Effet de la composition de la matrice sur les limites de détection de certains éléments contrôlés 204
Tableau D.2 – Limites de détection en mg/kg pour les éléments réglementés dans diverses matrices 205
Tableau D.3 – Résultats moyens et taux de rétablissement pour le plomb obtenus au cours de l'étude IIS2 207
Tableau D.4 – Résultats moyens et taux de rétablissement pour le mercure, obtenus au cours de l'étude IIS2 208
Tableau D.5 – Résultats moyens et taux de rétablissement pour le cadmium, obtenus au cours de l'étude IIS2 208
Tableau D.6 – Résultats moyens et taux de rétablissement pour le chrome total, obtenus au cours de l'étude IIS2 209
Tableau D.7 – Résultats moyens et taux de rétablissement pour le brome total, obtenus au cours de l'étude IIS2 210
Tableau E.1 – Programme de digestion des échantillons aux micro-ondes (puissance fournie pour cinq récipients) 212
Tableau F.1 – Interférences spectrales pour les longueurs d'onde du cadmium et du plomb 213
Tableau F.2 – Exemples de rapports masse/charge (m/z) 214
Tableau F.3 – Exemples de longueurs d'ondes pour AAS 214

Tableau G.1 – Interférences spectrales pour les longueurs d'onde du cadmium et du plomb 215
Tableau G.2 – Exemples de rapports masse/charge (m/z) 218
Tableau G.3 – Exemples de longueurs d'onde pour AAS 218
Tableau H.1 – Programme pour la digestion d'échantillons aux micro-ondes 219
Tableau H.2 – Interférences spectrales pour les longueurs d'onde du cadmium et du plomb 219
Tableau H.3 – Exemples de rapports masse/charge (m/z) 222
Tableau H.4 – Exemples de longueurs d'ondes pour AAS 222

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES – DÉTERMINATION DES NIVEAUX DE SIX SUBSTANCES RÉGLEMENTÉES (PLOMB, MERCURE, CADMIUM, CHROME HEXAVALENT, DIPHENYLES POLYBROMES, DIPHENYLETHERS POLYBROMES)

AVANT-PROPOS

1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – 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 la CEI»). 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 la CEI, participent également aux travaux. La CEI 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 la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI 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 la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
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 la CEI, 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 la CEI, 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 la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, 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 la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 62321 a été établie par le comité d'études 111 de la CEI: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
111/116/FDIS	111/125/RVD

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

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de maintenance indiquée sur le site web de la CEI sous «http://webstore.iec.ch» dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

INTRODUCTION

L'utilisation largement répandue des produits électrotechniques a attiré une attention accrue concernant leur impact sur l'environnement. Dans de nombreux pays, dans le monde entier, ceci a conduit à une adaptation des réglementations relatives aux déchets, aux substances et à la consommation d'énergie des produits électrotechniques.

L'emploi de certaines substances comme le plomb (Pb), le mercure (Hg), le cadmium (Cd), le chrome hexavalent (Cr(VI)) contenus dans des composés inorganiques et organiques, ainsi que deux types de retardateurs de flammes bromés (diphényles polybromés (PBB), et diphényles éthers polybromés (PBDE) dans les produits électrotechniques est réglementé par la législation régionale en vigueur et en cours d'élaboration.

L'objet de la CEI 62321 est par conséquent de fournir, à une échelle mondiale cohérente, des méthodes d'essai qui permettront à l'industrie électrotechnique de déterminer les niveaux des substances réglementées Pb, Hg, Cd, Cr(VI) et leurs composés ainsi que les PBB et les PBDE dans les produits électrotechniques.

PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES – DÉTERMINATION DES NIVEAUX DE SIX SUBSTANCES RÉGLEMENTÉES (PLOMB, MERCURE, CADMIUM, CHROME HEXAVALENT, DIPHENYLES POLYBROMES, DIPHENYLETHERS POLYBROMES)

1 Domaine d'application

La CEI 62321, qui est une Norme internationale, spécifie la détermination des niveaux de plomb (Pb), de mercure (Hg), de cadmium (Cd), de chrome hexavalent (Cr(VI)) contenus dans des composés inorganiques et organiques, ainsi que de deux types de retardateurs de flammes bromés, diphényles polybromés (PBB) et diphényles éthers polybromés (PBDE) contenus dans les produits électrotechniques.

Cette norme fait référence à l'échantillon comme étant l'objet à traiter et à mesurer. L'entité qui réalise les essais définit la nature de l'échantillon et la manière de l'obtenir, et non pas la présente norme.

NOTE 1 Des instructions supplémentaires quant à la manière d'obtenir des échantillons représentatifs à partir de produits électroniques finis afin de vérifier leur teneur en substances réglementées peuvent être trouvées dans la future norme CEI/PAS (PAS: *Publicly Available Specification – Spécification Accessible au Public*) relative au désassemblage pour échantillonnage.[1]

Il est à noter que la sélection de l'échantillon peut affecter l'interprétation des résultats des essais.

La présente norme ne détermine pas:

- la définition d'une «unité» ou d'une «matière homogène» comme échantillon;
- la procédure de démontage permettant d'obtenir un échantillon;
- les procédures d'évaluation.

NOTE 2 Des instructions supplémentaires concernant les procédures d'évaluation sont données dans la future Spécification Technique CEI/TS 62476[1][2].

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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).

ISO/CEI Guide 98:1995*, Guide ISO pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM)*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique – Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5961, *Qualité de l'eau – Dosage du cadmium par spectrométrie d'absorption atomique*

ISO 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

---

1 A l'étude, aucun numéro n'est encore attribué.

2 Les chiffres entre crochets se réfèrrent à la bibliographie.