IEC 62321-3-2

Edition 2.0 2020-06
REDLINE VERSION

INTERNATIONAL STANDARD

colour inside

HORIZONTAL STANDARD

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 3-2: Screening – Fluorine, chlorine and ~~total~~ bromine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC)

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

ICS 13.020.01; 43.040.10

ISBN 978-2-8322-8590-9

Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.

® Registered trademark of the International Electrotechnical Commission

CONTENTS

FOREWORD 5
INTRODUCTION 7
1 Scope 8
2 Normative references 9
3 Terms, definitions and abbreviated terms 9
3.1 Terms and definitions 9
3.2 Abbreviated terms 11
4 Principle 12
~~4.1 Overview~~ .....
~~4.2 Principle of test~~ .....
5 Reagents and materials 12
6 Apparatus 14
7 Sampling 15
8 Procedure 15
8.1 Combustion 15
8.2 IC analysis 16
8.3 Blank test 16
8.4 Cleaning and recalibration 16
8.5 Calibration 16
8.6 Measurement of the sample 17
8.7 Interference 17
9 Calculation 17
10 Precision 18
11 Quality assurance and control 19
11.1 General 19
11.2 Limits of detection (LOD) and limits of quantification (LOQ) 20
12 Test report 21
Annex A (informative) Screening for fluorine, chlorine, bromine and iodine in polymers and electronics by oxygen bomb combustion-ion chromatography 22
A.1 General 22
A.2 Principle 22
A.3 Reagents and materials 22
A.4 Apparatus 23
A.5 Sampling 23
A.6 Procedure 24
A.6.1 General 24
A.6.2 Choice of the absorption solution 24
A.6.3 Preparation of the bomb 25
A.6.4 Combustion 25
A.6.5 Collection of ~~the bromine~~ halides 25
A.6.6 Cleaning procedure 26
A.7 Ion chromatographic analysis 26
A.8 Calculation 26
A.9 Quality assurance and control and test report 27

Annex B (informative) Screening for fluorine, chlorine, bromine and iodine in polymers and electronics by oxygen flask combustion-ion chromatography 28
B.1 General 28
B.2 Principle 28
B.3 Reagents and materials 28
B.4 Apparatus 28
B.5 Sampling 29
B.5.1 General 29
B.5.2 Solid and paste-like samples 29
B.5.3 Liquid samples 29
B.6 Procedure 29
B.6.1 General 29
B.6.2 Choice of the absorption solution 29
B.6.3 Combustion 30
B.7 Ion chromatographic analysis, calculation, quality assurance and control and test report 30
Annex C (informative) Example of a combustion device and IC system 31
Annex D (informative) Screening for iodine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC) 32
D.1 General 32
D.2 Principle 32
D.3 Reagents and materials 32
D.4 Apparatus 33
D.5 Sampling 34
D.6 Procedure 34
D.6.1 Combustion 34
D.6.2 IC analysis 35
D.6.3 Blank test 35
D.6.4 Cleaning and recalibration 35
D.6.5 Calibration 35
D.7 Measurement of the sample 36
D.8 Interference 36
D.9 Calculation 36
Annex E (informative) Results of international interlaboratory study ~~#4A (IIS 4A)~~ (IIS 4A and IIS 3-2) 38
Annex F (informative) Additional results of TG 3-2 test 41
Annex G (informative) Additional validation data 43
Annex H (informative) Additional IC data 45
Bibliography 47

Figure A.1 – Example of oxygen bomb combustion device 27
Figure B.1 – Example of oxygen flask combustion device 30
Figure B.2 – Example of wrapping of sample 30
Figure C.1 – Example of a combustion device connected to an ion chromatograph (IC) 31
Figure C.2 – Example of ion chromatographic system 31
Figure H.1 – Example of a chromatogram of the standard solution (4 mg/~~kg~~l of each standard) by IC 45

Table 1 – Tested concentration ranges for fluorine by C-IC in PC 8
Table 2 – Tested concentration ranges for chlorine by C-IC in PE 8
Table 3 – Tested concentration ranges for bromine by C-IC in various materials 8
Table 4 – Fluorine results of international inter-laboratory study (IIS 4A) 19
Table 5 – Chlorine results of international inter-laboratory study (IIS 4A) 19
Table 6 – Bromine results of international inter-laboratory study (IIS4A and IIS 3-2) 19
Table 7 – Acceptance criteria of items for quality control 19
Table 8 – Student's t values used for calculation of method detection limit (MDL = $t \times s_{n-1}$) 21
Table E.1 – Mean results and recovery rates for ~~total~~ bromine obtained in the IIS4A study using C-IC 38
Table E.2 – Statistical ~~total~~ bromine data for IIS 4A results using C-IC 38
Table E.3 – Mean results and recovery rates for fluorine obtained in the IIS 3-2 study using C-IC 39
Table E.4 – Statistical fluorine data for IIS 3-2 results using C-IC 39
Table E.5 – Mean results and recovery rates for chlorine obtained in the IIS 3-2 study using C-IC 39
Table E.6 – Statistical for chlorine data for IIS 3-2 results using C-IC 40
Table F.1 – Mean results and recovery rates for ~~total~~ bromine obtained in the TG 3-2 internal test study by using C-IC 41
Table F.2 – Mean results and recovery rates for ~~total~~ bromine obtained in the TG 3-2 internal test study by using oxygen bomb-IC 42
Table G.1 – General conditions for the combustion furnace and the absorption solution 43
Table G.2 – Additional information – Difference in sample sizes and measured bromine values in solder paste with burning aid (WO_3 powder) 43
Table G.3 – Additional information – Difference in combustion temperatures and measured bromine values in solder paste with burning aid (WO3 powder) 43
Table G.4 – Additional information – Difference in recovery rate of iodine according to adsorbents (H_2O_2, hydrazine) 44
Table H.1 – Typical operating conditions for IC 45
Table H.2 – Example of fluorine calibration solutions for IC 46
Table H.3 – Example of chlorine calibration solutions for IC 46
Table H.4 – Example of bromine calibration solutions for IC 46

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

_____

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 3-2: Screening – Fluorine, chlorine and ~~total~~ bromine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC)

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.

This redline version of the official IEC Standard allows the user to identify the changes made to the previous edition. A vertical bar appears in the margin wherever a change has been made. Additions are in green text, deletions are in strikethrough red text.

International Standard IEC 62321-3-2 has been prepared by IEC technical committee 111: Environmental standardization for electrical and electronic products and systems.

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) In the previous edition, a screening test method for bromine (Br) content only was provided. In this edition, a screening test method by C-IC for fluorine (F), chlorine (Cl) and bromine (Br) has been added to the normative part of the document.
b) A screening test method by C-IC for iodine (I) has been added in Annex D (informative).

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

FDIS	Report on voting
111/573/FDIS	111/577/RVD

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

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

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 "http://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 publication 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 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 (e.g. lead (Pb), cadmium (Cd), polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) and phthalates) in electrotechnical products is a source of concern in current and proposed regional legislation.

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 ~~of concern~~ in electrotechnical products on a consistent global basis.

The first edition of IEC 62321-3-2 (2013) was published to address screening for total bromine.

This document (revised edition of IEC 62321-3-2) describes the test methods to quantify halogen (fluorine, chlorine and bromine) in polymers and electronics by C-IC in the normative section and to quantify iodine (I) in an informative Annex D.

In addition, information on oxygen bomb combustion-ion chromatography and oxygen flask-ion chromatography is provided in Annex A (informative) and Annex B (informative).

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 3-2: Screening – Fluorine, chlorine and ~~total~~ bromine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC)

1 Scope

~~Part 3-2 of IEC 62321 specifies the screening analysis of the total bromine (Br) in homogeneous materials found in polymers and electronics by using the analytical technique of combustion ion chromatography (C-IC).~~

This part of IEC 62321 specifies the screening analysis of fluorine, chlorine and bromine in polymers and electronics using combustion-ion chromatography (C-IC). A C-IC screening analysis procedure for iodine can be found in Annex D.

This test method has been evaluated for ABS (acrylonitrile butadiene styrene), EMC (epoxy moulding compound), PE (polyethylene) and PC (polycarbonate) within the concentration ranges as specified in Table 1, Table 2 and Table 3. (Detailed results are shown in Table E.1 to Table E.6, and in Annex F (Table F.1 and Table F.2).

The use of this method for other types of materials or concentration ranges outside those specified below has not been evaluated.

Table 1 – Tested concentration ranges for fluorine by C-IC in PC

Substance/element	Fluorine	
Polymer	Unit of measure mg/kg	PC
Concentration or concentration range tested		575

Table 2 – Tested concentration ranges for chlorine by C-IC in PE

Substance/element	Chlorine	
Polymer	Unit of measure mg/kg	PE
Concentration or concentration range tested		102,2

Table 3 – Tested concentration ranges for bromine by C-IC in various materials

Substance/element	Bromine		
~~Parameter~~	Unit of measure mg/kg	~~Medium/material tested~~	
Polymer		ABS	EMC	PE
Concentration or concentration range tested		124 to 890	195 to 976	96

~~This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.~~

This horizontal standard is primarily intended for use by technical committees in the preparation of standards in accordance with the principles laid down in IEC Guide 108.

One of the responsibilities of a technical committee is, wherever applicable, to make use of horizontal standards in the preparation of its publications. The contents of this horizontal standard will not apply unless specifically referred to or included in the relevant publications.

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 60754-1:2011, *Test on gases evolved during combustion of materials from cables – Part 1: Determination of the halogen acid gas content*~~

~~IEC 62321-1, *Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 1: Introduction and overview*[1]~~

IEC 62321-2, *Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 2: Disassembly,* ~~*disjointment*~~ *disjunction and mechanical sample preparation*~~[1]~~

~~IEC 62321-3-1, *Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 3-1: Screening – Lead, mercury, cadmium, total chromium and total bromine in electrotechnical products using X-ray fluorescence spectrometry*[2]~~

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

ISO 8466-1, *Water quality – Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics – Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

ISO~~/DIS~~ 10304-1:~~2006~~2007, *Water quality – Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions – Part 1: Determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate and sulfate*

~~1 To be published.~~

~~2 To be published.~~

IEC 62321-3-2

Edition 2.0 2020-06

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

HORIZONTAL STANDARD

NORME HORIZONTALE

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 3-2: Screening – Fluorine, chlorine and bromine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC)

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 3-2: Détection – Fluor, chlore et brome dans les polymères et les produits électroniques par combustion-chromatographie ionique (C-CI)



IEC 62321-3-2:2020-06(en-fr)

CONTENTS

FOREWORD 5
INTRODUCTION 7
1 Scope 8
2 Normative references 9
3 Terms, definitions and abbreviated terms 9
3.1 Terms and definitions 9
3.2 Abbreviated terms 10
4 Principle 11
5 Reagents and materials 11
6 Apparatus 12
7 Sampling 13
8 Procedure 14
8.1 Combustion 14
8.2 IC analysis 14
8.3 Blank test 14
8.4 Cleaning and recalibration 14
8.5 Calibration 15
8.6 Measurement of the sample 15
8.7 Interference 15
9 Calculation 15
10 Precision 16
11 Quality assurance and control 17
11.1 General 17
11.2 Limits of detection (LOD) and limits of quantification (LOQ) 17
12 Test report 18
Annex A (informative) Screening for fluorine, chlorine, bromine and iodine in polymers and electronics by oxygen bomb combustion-ion chromatography 19
A.1 General 19
A.2 Principle 19
A.3 Reagents and materials 19
A.4 Apparatus 20
A.5 Sampling 20
A.6 Procedure 21
A.6.1 General 21
A.6.2 Choice of the absorption solution 21
A.6.3 Preparation of the bomb 21
A.6.4 Combustion 22
A.6.5 Collection of halides 22
A.6.6 Cleaning procedure 23
A.7 Ion chromatographic analysis 23
A.8 Calculation 23
A.9 Quality assurance and control and test report 23
Annex B (informative) Screening for fluorine, chlorine, bromine and iodine in polymers and electronics by oxygen flask combustion-ion chromatography 25
B.1 General 25

B.2 Principle 25
B.3 Reagents and materials 25
B.4 Apparatus 25
B.5 Sampling 26
B.5.1 General 26
B.5.2 Solid and paste-like samples 26
B.5.3 Liquid samples 26
B.6 Procedure 26
B.6.1 General 26
B.6.2 Choice of the absorption solution 26
B.6.3 Combustion 27
B.7 Ion chromatographic analysis, calculation, quality assurance and control and test report 27
Annex C (informative) Example of a combustion device and IC system 28
Annex D (informative) Screening for iodine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC) 29
D.1 General 29
D.2 Principle 29
D.3 Reagents and materials 29
D.4 Apparatus 30
D.5 Sampling 31
D.6 Procedure 31
D.6.1 Combustion 31
D.6.2 IC analysis 32
D.6.3 Blank test 32
D.6.4 Cleaning and recalibration 32
D.6.5 Calibration 32
D.7 Measurement of the sample 33
D.8 Interference 33
D.9 Calculation 33
Annex E (informative) Results of international interlaboratory study (IIS 4A and IIS 3-2) 35
Annex F (informative) Additional results of TG 3-2 test 38
Annex G (informative) Additional validation data 40
Annex H (informative) Additional IC data 42
Bibliography 44

Figure A.1 – Example of oxygen bomb combustion device 24
Figure B.1 – Example of oxygen flask combustion device 27
Figure B.2 – Example of wrapping of sample 27
Figure C.1 – Example of a combustion device connected to an ion chromatograph (IC) 28
Figure C.2 – Example of ion chromatographic system 28
Figure H.1 – Example of a chromatogram of the standard solution (4 mg/l of each standard) by IC 42

Table 1 – Tested concentration ranges for fluorine by C-IC in various materials 8
Table 2 – Tested concentration ranges for chlorine by C-IC in various materials 8
Table 3 – Tested concentration ranges for bromine by C-IC in various materials 8

Table 4 – Fluorine results of international inter-laboratory study (IIS 4A) 16
Table 5 – Chlorine results of international inter-laboratory study (IIS 4A) 16
Table 6 – Bromine results of international inter-laboratory study (IIS4A and IIS 3-2) 16
Table 7 – Acceptance criteria of items for quality control 17
Table 8 – Student's t values used for calculation of method detection limit (MDL = $t \times s_{n-1}$) 18
Table E.1 – Mean results and recovery rates for bromine obtained in the IIS4A study using C-IC 35
Table E.2 – Statistical bromine data for IIS 4A results using C-IC 35
Table E.3 – Mean results and recovery rates for fluorine obtained in the IIS 3-2 study using C-IC 36
Table E.4 – Statistical fluorine data for IIS 3-2 results using C-IC 36
Table E.5 – Mean results and recovery rates for chlorine obtained in the IIS 3-2 study using C-IC 36
Table E.6 – Statistical for chlorine data for IIS 3-2 results using C-IC 37
Table F.1 – Mean results and recovery rates for bromine obtained in the TG 3-2 internal test study by using C-IC 38
Table F.2 – Mean results and recovery rates for bromine obtained in the TG 3-2 internal test study by using oxygen bomb-IC 39
Table G.1 – General conditions for the combustion furnace and the absorption solution 40
Table G.2 – Additional information – Difference in sample sizes and measured bromine values in solder paste with burning aid (WO_3 powder) 40
Table G.3 – Additional information – Difference in combustion temperatures and measured bromine values in solder paste with burning aid (WO3 powder) 40
Table G.4 – Additional information – Difference in recovery rate of iodine according to adsorbents (H_2O_2, hydrazine) 41
Table H.1 – Typical operating conditions for IC 42
Table H.2 – Example of fluorine calibration solutions for IC 43
Table H.3 – Example of chlorine calibration solutions for IC 43
Table H.4 – Example of bromine calibration solutions for IC 43

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

_____

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 3-2: Screening – Fluorine, chlorine and bromine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC)

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.

International Standard IEC 62321-3-2 has been prepared by IEC technical committee 111: Environmental standardization for electrical and electronic products and systems.

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) In the previous edition, a screening test method for bromine (Br) content only was provided. In this edition, a screening test method by C-IC for fluorine (F), chlorine (Cl) and bromine (Br) has been added to the normative part of the document.
b) A screening test method by C-IC for iodine (I) has been added in Annex D (informative).

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

FDIS	Report on voting
111/573/FDIS	111/577/RVD

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

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

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 "http://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.

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 (e.g. lead (Pb), cadmium (Cd), polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) and phthalates) in electrotechnical products is a source of concern in current and proposed regional legislation.

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.

The first edition of IEC 62321-3-2 (2013) was published to address screening for total bromine.

This document (revised edition of IEC 62321-3-2) describes the test methods to quantify halogen (fluorine, chlorine and bromine) in polymers and electronics by C-IC in the normative section and to quantify iodine (I) in an informative Annex D.

In addition, information on oxygen bomb combustion-ion chromatography and oxygen flask-ion chromatography is provided in Annex A (informative) and Annex B (informative).

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 3-2: Screening – Fluorine, chlorine and bromine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC)

1 Scope

This part of IEC 62321 specifies the screening analysis of fluorine, chlorine and bromine in polymers and electronics using combustion-ion chromatography (C-IC). A C-IC screening analysis procedure for iodine can be found in Annex D.

This test method has been evaluated for ABS (acrylonitrile butadiene styrene), EMC (epoxy moulding compound), PE (polyethylene) and PC (polycarbonate) within the concentration ranges as specified in Table 1, Table 2 and Table 3. (Detailed results are shown in Table E.1 to Table E.6, and in Annex F (Table F.1 and Table F.2).

The use of this method for other types of materials or concentration ranges outside those specified below has not been evaluated.

Table 1 – Tested concentration ranges for fluorine by C-IC in PC

Substance/element	**Fluorine**	
Polymer	**Unit of measure** mg/kg	PC
Concentration or concentration range tested		575

Table 2 – Tested concentration ranges for chlorine by C-IC in PE

Substance/element	**Chlorine**	
Polymer	**Unit of measure** mg/kg	PE
Concentration or concentration range tested		102,2

Table 3 – Tested concentration ranges for bromine by C-IC in various materials

Substance/element	**Bromine**			
Polymer	**Unit of measure** mg/kg	ABS	EMC	PE
Concentration or concentration range tested		124 to 890	195 to 976	96

This horizontal standard is primarily intended for use by technical committees in the preparation of standards in accordance with the principles laid down in IEC Guide 108.

One of the responsibilities of a technical committee is, wherever applicable, to make use of horizontal standards in the preparation of its publications. The contents of this horizontal standard will not apply unless specifically referred to or included in the relevant publications.

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 62321-2, *Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 2: Disassembly, disjunction and mechanical sample preparation*

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

ISO 8466-1, *Water quality – Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics – Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

ISO 10304-1:2007*, Water quality – Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions – Part 1: Determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate and sulfate*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 49
INTRODUCTION 51
1 Domaine d'application 52
2 Références normatives 53
3 Termes, définitions et termes abrégés 53
3.1 Termes et définitions 53
3.2 Termes abrégés 55
4 Principe 55
5 Réactifs et matériaux 56
6 Appareils 57
7 Échantillonnage 58
8 Mode opératoire 58
8.1 Combustion 58
8.2 Analyse CI 59
8.3 Essai à blanc 59
8.4 Nettoyage et réétalonnage 59
8.5 Étalonnage 60
8.6 Mesurage de l'échantillon 60
8.7 Interférence 60
9 Calcul 60
10 Fidélité 61
11 Assurance qualité et contrôle de la qualité 62
11.1 Généralités 62
11.2 Limites de détection (LOD) et limites de quantification (LOQ) 62
12 Rapport d'essai 63
Annexe A (informative) Détection de fluor, chlore et brome dans les polymères et les produits électroniques par bombe de combustion à oxygène-chromatographie ionique 64
A.1 Généralités 64
A.2 Principe 64
A.3 Réactifs et matériaux 64
A.4 Appareils 65
A.5 Échantillonnage 66
A.6 Mode opératoire 66
A.6.1 Généralités 66
A.6.2 Choix de la solution d'absorption 66
A.6.3 Préparation de la bombe 67
A.6.4 Combustion 67
A.6.5 Collecte des halogénures 68
A.6.6 Procédure de nettoyage 68
A.7 Analyse par chromatographie ionique 68
A.8 Calcul 68
A.9 Assurance qualité, contrôle de la qualité et rapport d'essai 69
Annexe B (informative) Détection de fluor, chlore et brome dans les polymères et les produits électroniques par fiole de combustion à oxygène-chromatographie ionique 70
B.1 Généralités 70

B.2 Principe 70
B.3 Réactifs et matériaux 70
B.4 Appareils 71
B.5 Échantillonnage 71
B.5.1 Généralités 71
B.5.2 Échantillons solides et pâteux 71
B.5.3 Échantillons liquides 71
B.6 Mode opératoire 72
B.6.1 Généralités 72
B.6.2 Choix de la solution d'absorption 72
B.6.3 Combustion 72
B.7 Analyse par chromatographie ionique, calcul, assurance de la qualité et contrôle qualité et rapport d'essai 72
Annexe C (informative) Exemple de dispositif de combustion et de système de CI 74
Annexe D (informative) Détection de l'iode dans les polymères et les produits électroniques par combustion-chromatographie ionique (C-CI) 75
D.1 Généralités 75
D.2 Principe 75
D.3 Réactifs et matériaux 75
D.4 Appareils 77
D.5 Échantillonnage 78
D.6 Mode opératoire 78
D.6.1 Combustion 78
D.6.2 Analyse CI 79
D.6.3 Essai à blanc 79
D.6.4 Nettoyage et réétalonnage 79
D.6.5 Étalonnage 79
D.7 Mesurage de l'échantillon 80
D.8 Interférence 80
D.9 Calcul 80
Annexe E (informative) Résultats de l'étude internationale interlaboratoire (IIS 4A et IIS 3-2) 81
Annexe F (informative) Résultats supplémentaires de l'essai TG 3-2 84
Annexe G (informative) Données de validation supplémentaires 86
Annexe H (informative) Données supplémentaires de CI 88
Bibliographie 90

Figure A.1 – Exemple de dispositif de combustion de la bombe à oxygène 69
Figure B.1 – Exemple de dispositif de combustion de la bombe à oxygène 73
Figure B.2 – Exemple d'enveloppage de l'échantillon 73
Figure C.1 – Exemple de dispositif de combustion relié à un chromatographe ionique (CI). 74
Figure C.2 – Exemple de système de chromatographie ionique. 74
Figure H.1 – Exemple de chromatographe de la solution étalon (4 mg/l de chaque étalon) par CI. 88

Tableau 1 – Plages de concentration de fluor soumises à l'essai par C-CI dans différents matériaux 52

Tableau 2 – Plages de concentration de chlore soumises à l'essai par C-CI dans différents matériaux 52
Tableau 3 – Plages de concentration de brome soumises à l'essai par C-CI dans différents matériaux 52
Tableau 4 – Résultats de l'étude internationale interlaboratoires (IIS 4A) pour le fluor 61
Tableau 5 – Résultats de l'étude internationale interlaboratoires (IIS 4A) pour le chlore 61
Tableau 6 – Résultats de l'étude internationale interlaboratoires (IIS4A et IIS 3-2) pour le brome 61
Tableau 7 – Critères d'acceptation des éléments pour le contrôle de la qualité 62
Tableau 8 – Valeurs de t de Student utilisées pour le calcul de la limite de détection de la méthode (MDL = $t \times s_{n-1}$) 63
Tableau E.1 – Résultats moyens et taux de récupération du brome obtenus dans l'étude IIS4A en utilisant une C-CI 81
Tableau E.2 – Données statistiques de brome pour les résultats IIS 4A en utilisant une C-CI 81
Tableau E.3 – Résultats moyens et taux de récupération du fluor obtenus dans l'étude IIS 3-2 en utilisant une C-CI 82
Tableau E.4 – Données statistiques de fluor pour les résultats IIS 3-2 en utilisant une C-CI 82
Tableau E.5 – Résultats moyens et taux de récupération du chlore obtenus dans l'étude IIS 3-2 en utilisant une C-CI 82
Tableau E.6 – Données statistiques de chlore pour les résultats IIS 3-2 en utilisant une C-CI 83
Tableau F.1 – Résultats moyens et taux de récupération du brome obtenus dans l'étude d'essai interne TG 3-2 en utilisant la C-CI 84
Tableau F.2 – Résultats moyens et taux de récupération du brome obtenus dans l'étude d'essai interne TG 3-2 en utilisant la bombe d'oxygène de CI 85
Tableau G.1 – Conditions générales pour le four de combustion et la solution d'absorption 86
Tableau G.2 – Informations supplémentaires – Différence de tailles d'échantillons et valeurs de brome mesurées dans de la pâte de soudure avec une aide à la combustion (poudre de WO_3) 86
Tableau G.3 – Informations supplémentaires – Différence de températures de combustion et valeurs de brome mesurées dans de la pâte de soudure avec une aide à la combustion (poudre de WO3) 86
Tableau G.4 – Informations supplémentaires – Différence de taux de récupération de l'iode en fonction des adsorbants (H_2O_2, Hydrazine) 87
Tableau H.1 – Conditions de fonctionnement types pour la CI 88
Tableau H.2 – Exemple de solutions d'étalonnage du fluor pour la CI 89
Tableau H.3 – Exemple de solutions d'étalonnage du chlore pour la CI 89
Tableau H.4 – Exemple de solutions d'étalonnage du brome pour la CI 89

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 3-2: Détection – Fluor, chlore et brome dans les polymères et les produits électroniques par combustion-chromatographie ionique (C-CI)

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.

La Norme internationale IEC 62321-3-2 a été établie par le comité d'études 111 de l'IEC: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques.

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

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

a) La précédente édition présentait une méthode d'essai de détection pour le brome (Br) seulement. La présente édition ajoute, dans sa partie normative, une méthode d'essai de détection par C-CI pour le fluor (F), le chlore (Cl) et le brome (Br).

b) Une méthode d'essai de détection par C-CI de l'iode a été ajoutée à l'Annexe D (informative).

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

FDIS	Rapport de vote
111/573/FDIS	111/577/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 internationale.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2

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 « http://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.

INTRODUCTION

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

L'utilisation de certaines substances (par exemple le plomb (Pb), le cadmium (Cd), les diphényléthers polybromés (PBDE) et les phtalates) dans les produits électrotechniques est une source d'inquiétude dans la législation régionale actuelle et en cours de préparation.

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 permettront à l'industrie électrotechnique de déterminer les niveaux de certaines substances dans les produits électrotechniques.

La première édition de l'IEC 62321-3-2 (2013) a été publiée pour permettre la détection du brome total.

Le présent document (édition révisée de l'IEC 62321-3-2) décrit dans la partie normative les méthodes d'essai permettant de quantifier le taux d'halogène (fluor, chlore et brome) dans les polymères et les produits électroniques par C-CI. Il décrit dans une Annexe D informative celles permettant de quantifier l'iode (I).

Par ailleurs, l'Annexe A (informative) et l'Annexe B (informative) fournissent des informations sur la bombe de combustion à oxygène – chromatographie ionique et la fiole purgée à l'oxygène – chromatographie ionique.

AVERTISSEMENT – Il convient que les personnes appliquant le présent document aient une bonne connaissance des pratiques normales de laboratoire. Le présent document ne prétend pas couvrir tous les problèmes de sécurité éventuels associés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de mettre en place les pratiques adéquates de sécurité et de santé, mais aussi d'assurer la conformité aux conditions réglementaires nationales.

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 3-2: Détection – Fluor, chlore et brome dans les polymères et les produits électroniques par combustion-chromatographie ionique (C-CI)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 spécifie une méthode d'analyse par détection du fluor, du chlore et du brome dans les polymères et les produits électroniques en appliquant la technique de combustion-chromatographie ionique (C-CI). Une procédure d'analyse par détection C-CI de l'iode est décrite à l'Annexe D.

Cette méthode d'essai a été évaluée pour l'ABS (acrylonitrile butadiène styrène), l'EMC (composé de moulage époxy), le PE (polyéthylène) et le PC (polycarbonate) dans les plages de concentration spécifiées dans le Tableau 1, le Tableau 2 et le Tableau 3. Les résultats détaillés sont présentés du Tableau E.1 au Tableau E.6, et à l'Annexe F (Tableau F.1 et Tableau F.2)

L'utilisation de cette méthode pour d'autres types de matériaux ou plages de concentration en dehors de celles qui sont spécifiées ci-dessous n'a pas été évaluée.

Tableau 1 – Plages de concentration de fluor soumises à l'essai par C-CI dans PC

Substance/élément	**Fluor**	
Polymère	**Unité de mesure** mg/kg	PC
Concentration ou plage de concentration vérifiée par essai		575

Tableau 2 – Plages de concentration de chlore soumises à l'essai par C-CI dans PE

Substance/élément	**Chlore**	
Polymère	**Unité de mesure** mg/kg	PE
Concentration ou plage de concentration vérifiée par essai		102,2

Tableau 3 – Plages de concentration de brome soumises à l'essai par C-CI dans différents matériaux

Substance/élément	**Brome**			
Polymère	**Unité de mesure** mg/kg	ABS	EMC	PE
Concentration ou plage de concentration vérifiée par essai		124 à 890	195 à 976	96

Cette norme horizontale est essentiellement destinée à l'usage des comités d'études dans la préparation des normes, conformément aux principes établis dans le Guide 108 de l'IEC.

Une des responsabilités d'un comité d'études est, partout où cela est possible, de se servir des normes horizontales lors de la préparation de ses publications. Le contenu de cette norme horizontale ne s'appliquera pas, à moins qu'il ne soit spécifiquement désigné ou inclus dans les publications concernées.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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).

IEC 62321-2, *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 2: Démontage, désassemblage et préparation mécanique de l'échantillon*

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

ISO 8466-1, *Qualité de l'eau – Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance – Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

ISO 10304-1:2007, *Qualité de l'eau – Dosage des anions dissous par chromatographie des ions en phase liquide – Partie 1: Dosage du bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, phosphate et sulfate*