IEC 62321-4

Edition 1.1 2017-07

CONSOLIDATED VERSION

VERSION CONSOLIDÉE

colour inside

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 4: Mercure dans les polymères, métaux et produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 13.020; 43.040.10

ISBN 978-2-8322-4601-6

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.

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

IEC 62321-4

Edition 1.1 2017-07

REDLINE VERSION

VERSION REDLINE

colour inside

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 4: Mercure dans les polymères, métaux et produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS



IEC 62321-4:2013-06+AMD1:2017-07 CSV(en-fr)

CONTENTS

FOREWORD 4
INTRODUCTION 6
1 Scope 7
2 Normative references 7
3 Terms, definitions and abbreviations 8
3.1 Terms and definitions 8
3.2 Abbreviations 9
4 Reagent and materials 9
4.1 General 9
4.2 Reagents 9
4.3 Materials 11
5 Apparatus 11
5.1 General 11
5.2 Apparatus 11
6 Sampling and test portion 12
7 Procedure 12
7.1 Wet digestion (digestion of electronics) 12
7.2 Microwave digestion 13
7.3 Thermal decomposition-gold amalgamation system 13
7.4 Preparation of reagent blank solution 14
8 Calibration 14
8.1 General 14
8.2 Development of the calibration curve 14
8.3 Measurement of the sample 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) 18
Annex A (informative) Practical application of determination of mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, AFS, ICP-OES and ICP-MS 20
Annex B (informative) Results of international interlaboratory study Nos. 2 (IIS2) and 4A (IIS 4A) 25
Bibliography 26

Figure A.1 – Heating digester equipped with reaction vessel, reflux cooler and absorption vessel 20
Figure A.2 – Configuration of equipment with AAS (example) 21
Figure A.3 – Mercury collecting tube (example) 22
Figure A.4 – Configuration (example) of the thermal decomposition/atomic absorption spectrometer for CCFL 23

Table 1 – Repeatability and reproducibility 17
Table 2 – Acceptance criteria of items for the quality control 18

Table 3 – Method detection limit = $t \times s_{n-1}$ 19
Table A.1 – Program for microwave digestion (example) of samples (power output for five vessels) 21
Table B.1 – Statistical data for TD(G)-AAS 25
Table B.2 – Statistical data for CV-AAS 25
Table B.3 – Statistical data for CV-AFS 25
Table B.4 – Statistical data for ICP-OES 25

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

_____

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

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.

DISCLAIMER
This Consolidated version is not an official IEC Standard and has been prepared for user convenience. Only the current versions of the standard and its amendment(s) are to be considered the official documents.

This Consolidated version of IEC 62321-4 bears the edition number 1.1. It consists of the first edition (2013-06) [documents 111/299/FDIS and 111/309/RVD] and its amendment 1 (2017-07) [documents 111/414/CDV and 111/431/RVC]. The technical content is identical to the base edition and its amendment.

In this Redline version, a vertical line in the margin shows where the technical content is modified by amendment 1. Additions are in green text, deletions are in strikethrough red text. A separate Final version with all changes accepted is available in this publication.

International Standard IEC 62321-4 has been prepared by IEC technical committee 111: Environmental standardization for electrical and electronic products and systems.

The first edition of IEC 62321:2008 was a 'stand alone' standard that included an Introduction, an overview of test methods, a mechanical sample preparation as well as various test method clauses.

This first edition of IEC 62321-4 is a partial replacement of IEC 62321, forming a structural revision and replacing Clause 7 and Annex E.

Future parts in the IEC 62321 series will gradually replace the corresponding clauses in IEC 62321:2008. Until such time as all parts are published, however, IEC 62321:2008 remains valid for those clauses not yet re-published as a separate part.

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

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

The committee has decided that the contents of the base publication and its amendment will remain unchanged until the stability 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.

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 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) and polybrominated diphenyl ethers (PBDEs)) 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.

WARNING – Persons using this International Standard should be familiar with normal laboratory practice. This standard 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 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

1 Scope

This part of IEC 62321 describes test methods for mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS.

This standard specifies the determination of the levels of mercury (Hg) contained in electrotechnical products. These materials are polymers, metals and electronics (e.g. printed wiring boards, ~~cold cathode~~ fluorescent lamps, mercury switches). Batteries containing Hg should be handled as described in [1][1]. The interlaboratory study has only evaluated these test methods for plastics, other matrices were not covered.

This standard refers to the sample as the object to be processed and measured. What the sample is or how to get to the sample is defined by the entity carrying out the tests. Further guidance on obtaining representative samples from finished electronic products to be tested for levels of regulated substances may be found in IEC 62321-2. It is noted that the selection and/or determination of the sample may affect the interpretation of the test results.

This standard describes the use of four methods, namely CV-AAS (cold vapour atomic absorption spectrometry), CV-AFS (cold vapour atomic fluorescence spectrometry) ICP-OES (inductively coupled plasma optical emission spectrometry), and ICP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry) as well as several procedures for preparing the sample solution from which the most appropriate method of analysis can be selected by experts.

Analysis by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS allows the determination of the target element, mercury, with high precision (uncertainty in the low per cent range) and/or high sensitivity (down to the μg/kg level). The test procedures described in this standard are intended to provide the highest level of accuracy and precision for concentrations of mercury in the range from 4 mg/kg to 1 000 mg/kg. The procedures are not limited for higher concentrations.

For direct analysis, using thermal decomposition-gold amalgamation in conjunction with CV-AAS (TD(G)-AAS) can be also applied for mercury analysis without sample digestion, although the detection limits are higher than other methods due to the reduced sample size.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

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

---

1 Figures in square brackets refer to the bibliography.

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

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

IEC 62554, S*ample preparation for measurement of mercury level in fluorescent lamps*

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

2 To be published.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 30
INTRODUCTION 32
1 Domaine d'application 33
2 Références normatives 33
3 Termes, définitions et abréviations 34
3.1 Termes et définitions 34
3.2 Abréviations 35
4 Réactifs et matériaux 35
4.1 Généralités 35
4.2 Réactifs 36
4.3 Matériaux 37
5 Appareillage 37
5.1 Généralités 37
5.2 Appareillage 38
6 Echantillonnage et prise d'essai 38
7 Procédure 39
7.1 Digestion par voie humide (digestion de produits électroniques) 39
7.2 Digestion aux micro-ondes 39
7.3 Système de décomposition thermique-amalgame d'or 40
7.4 Préparation de la solution à base de réactif témoin 40
8 Etalonnage 40
8.1 Généralités 40
8.2 Elaboration de la courbe d'étalonnage 41
8.3 Mesure de l'échantillon 42
9 Calculs 42
10 Précision 43
11 Assurance et contrôle qualité 44
11.1 Généralités 44
11.2 Limites de détection (LOD) et limites de quantification (LOQ) 45
Annexe A (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 47
Annexe B (informative) Résultats des études internationales inter-laboratoires n°2 (IIS2) et 4A (IIS 4A) 52
Bibliographie 54

Figure A.1 – Digesteur chauffant équipé d'un récipient de réaction, d'un réfrigérant à reflux et d'un récipient d'absorption 47
Figure A.2 – Configuration de l'équipement avec AAS (exemple) 48
Figure A.3 – Tube collecteur de mercure (exemple) 49
Figure A.4 – Configuration (exemple) du spectromètre d'absorption atomique à décomposition thermique pour CCFL 50

Tableau 1 – Répétabilité et reproductibilité 44
Tableau 2 – Critères d'acceptation des éléments pour le contrôle qualité 45

Tableau 3 – Limite de détection de la méthode = $t \times s_{n-1}$ 46
Tableau A.1 – Programme de digestion (exemple) des échantillons aux micro-ondes (puissance fournie pour cinq récipients) 48
Tableau B.1 – Données statistiques pour TD(G)-AAS 52
Tableau B.2 – Données statistiques pour CV-AAS 52
Tableau B.3 – Données statistiques pour CV-AFS 52
Tableau B.4 – Données statistiques pour ICP-OES 52

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 4: Mercure dans les polymères, métaux et produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS

AVANT-PROPOS

1) La Commission Electrotechnique 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. A 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.

DÉGAGEMENT DE RESPONSABILITÉ
Cette version consolidée n'est pas une Norme IEC officielle, elle a été préparée par commodité pour l'utilisateur. Seules les versions courantes de cette norme et de son(ses) amendement(s) doivent être considérées comme les documents officiels.

Cette version consolidée de l'IEC 62439-1 porte le numéro d'édition 1.1. Elle comprend la première édition (2013-06) [documents 111/299/FDIS et 111/309/RVD] et son amendement 1 (2017-07) [documents 111/414/CDV et 111/431/RVC]. Le contenu technique est identique à celui de l'édition de base et à son amendement.

Dans cette version Redline, une ligne verticale dans la marge indique où le contenu technique est modifié par l'amendement 1. Les ajouts sont en vert, les suppressions sont en rouge, barrées. Une version Finale avec toutes les modifications acceptées est disponible dans cette publication.

La Norme internationale IEC 62321-4 a été établie par le comité d'études 111 de la CEI: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques.

La première édition de l'IEC 62321:2008 était un document séparé qui comprenait une introduction, une présentation des méthodes d'essai, la préparation mécanique d'échantillon, ainsi que différents articles sur des méthodes d'essai.

Cette première édition de l'IEC 62321-4 remplace en partie l'IEC 62321:2008, faisant une révision structurelle et remplaçant, en général, l'Article 7 et l'Annexe E.

Les futures parties de la série IEC 62321 remplaceront, au feu et à mesure les articles correspondants de l'IEC 62321:2008. Cependant, et jusqu'au moment où toutes les parties seront publiées, l'IEC 62321:2008 reste valable pour les articles pas encore publiés en tant que nouvelle partie.

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

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

Le comité a décidé que le contenu de la publication de base et de son amendement 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 à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

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

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

INTRODUCTION

L'utilisation largement répandue des produits électrotechniques a attiré une attention accrue concernant leur impact sur l'environnement. Dans de nombreux pays, 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 cadmium (Cd) et les diphényléthers polybromés (PBDEs) dans les produits électrotechniques, est une source de préoccupation dans la législation régionale en vigueur et en cours d'élaboration.

L'objet de la série IEC 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 de certaines substances, sources de préoccupation, dans les produits électrotechniques.

AVERTISSEMENT – Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale aient une bonne connaissance des pratiques normales de laboratoire. La présente norme ne prétend pas aborder 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 avec les conditions réglementaires nationales.

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 4: Mercure dans les polymères, métaux et produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 décrit les méthodes d'essai pour le mercure dans les polymères, les métaux et les produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS.

La présente norme spécifie la détermination des niveaux de mercure (Hg) dans les produits électrotechniques. Ces matériaux sont des polymères, des matériaux métalliques et des produits électroniques (par exemple cartes imprimées, lampes fluorescentes ~~à cathode froide~~, interrupteurs à mercure). Il convient que les batteries contenant du mercure soient traitées tel que décrit en [1] [1]. L'étude de comparaison inter-laboratoires a évalué uniquement ces méthodes d'essai pour les plastiques, les autres matrices n'ayant pas été évaluées.

La présente norme fait référence à l'échantillon comme étant l'objet à traiter et à mesurer. L'entité qui exécute les essais définit la nature de l'échantillon et la manière de l'obtenir. 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 l'IEC 62321-2. Il est à noter que la sélection et/ou la détermination de l'échantillon peuvent affecter l'interprétation des résultats de l'essai.

La présente norme décrit l'utilisation de quatre méthodes, à savoir CV-AAS (spectrométrie d'absorption atomique à vapeur froide), CV-AFS (spectrométrie de fluorescence atomique à vapeur froide, *cold vapour atomic fluorescence spectrometry*), ICP-OES (spectrométrie d'émission optique couplée à un plasma induit) et ICP-MS (spectrométrie de masse couplée à un plasma induit), ainsi que plusieurs procédures de préparation de la solution d'échantillon à partir de laquelle les experts peuvent choisir la méthode d'analyse la plus appropriée.

L'analyse par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS permet de déterminer l'élément cible, le mercure, avec une grande précision (incertitude dans la plage basse des pourcentages) et/ou une grande sensibilité (jusqu'au niveau du µg/kg). Les procédures d'essai décrites dans la présente norme sont destinées à fournir le niveau le plus élevé d'exactitude et de précision pour des concentrations de mercure dans une plage comprise entre 4 mg/kg et 1 000 mg/kg. Les procédures ne sont pas limitées pour les concentrations plus élevées.

Pour une analyse directe, l'utilisation de la décomposition thermique-amalgame d'or avec le CV-AAS (TD(G)-AAS) peut également être envisageable pour l'analyse du mercure sans digestion de l'échantillon, même si les limites de détection sont supérieures à celles des autres méthodes en raison de la taille réduite de l'échantillon.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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).

---

1 Les chiffres entre crochets se réfèrent à la bibliographie.

IEC 62321-1, *Detérmination de certaines substances dans les produits éléctroniques – Partie 1: Introduction et présentation*

IEC 62321-2, *Determination de certaines substances dans les produits éléctroniques – Part 2: Démontage, désassemblage et préparation mécanique de l'échantillon* [2]

IEC 62321-3-1, *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 3-1: Méthodes d'essai – Détection du plomb, du mercure, du cadmium, du chrome total et du brome total dans les produits électrotechniques en utilisant la spectrométrie par fluorescence X* [2]

IEC 62554, *Préparation des échantillons en vue de la mesure du niveau de mercure dans les lampes fluorescentes*

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

IEC 62321-4

Edition 1.1 2017-07

FINAL VERSION

VERSION FINALE

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 4: Mercure dans les polymères, métaux et produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS



IEC 62321-4:2013-06+AMD1:2017-07 CSV(en-fr)

CONTENTS

FOREWORD 4
INTRODUCTION 6
1 Scope 7
2 Normative references 7
3 Terms, definitions and abbreviations 8
3.1 Terms and definitions 8
3.2 Abbreviations 9
4 Reagent and materials 9
4.1 General 9
4.2 Reagents 9
4.3 Materials 11
5 Apparatus 11
5.1 General 11
5.2 Apparatus 11
6 Sampling and test portion 12
7 Procedure 12
7.1 Wet digestion (digestion of electronics) 12
7.2 Microwave digestion 13
7.3 Thermal decomposition-gold amalgamation system 13
7.4 Preparation of reagent blank solution 14
8 Calibration 14
8.1 General 14
8.2 Development of the calibration curve 14
8.3 Measurement of the sample 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) 18
Annex A (informative) Practical application of determination of mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, AFS, ICP-OES and ICP-MS 20
Annex B (informative) Results of international interlaboratory study Nos. 2 (IIS2) and 4A (IIS 4A) 25
Bibliography 26

Figure A.1 – Heating digester equipped with reaction vessel, reflux cooler and absorption vessel 20
Figure A.2 – Configuration of equipment with AAS (example) 21
Figure A.3 – Mercury collecting tube (example) 22
Figure A.4 – Configuration (example) of the thermal decomposition/atomic absorption spectrometer for CCFL 23

Table 1 – Repeatability and reproducibility 17
Table 2 – Acceptance criteria of items for the quality control 18

Table 3 – Method detection limit = $t \times s_{n-1}$ 19
Table A.1 – Program for microwave digestion (example) of samples (power output for five vessels) 21
Table B.1 – Statistical data for TD(G)-AAS 25
Table B.2 – Statistical data for CV-AAS 25
Table B.3 – Statistical data for CV-AFS 25
Table B.4 – Statistical data for ICP-OES 25

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

_____

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

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.

DISCLAIMER
This Consolidated version is not an official IEC Standard and has been prepared for user convenience. Only the current versions of the standard and its amendment(s) are to be considered the official documents.

This Consolidated version of IEC 62321-4 bears the edition number 1.1. It consists of the first edition (2013-06) [documents 111/299/FDIS and 111/309/RVD] and its amendment 1 (2017-07) [documents 111/414/CDV and 111/431/RVC]. The technical content is identical to the base edition and its amendment.

This Final version does not show where the technical content is modified by amendment 1. A separate Redline version with all changes highlighted is available in this publication.

International Standard IEC 62321-4 has been prepared by IEC technical committee 111: Environmental standardization for electrical and electronic products and systems.

The first edition of IEC 62321:2008 was a 'stand alone' standard that included an Introduction, an overview of test methods, a mechanical sample preparation as well as various test method clauses.

This first edition of IEC 62321-4 is a partial replacement of IEC 62321, forming a structural revision and replacing Clause 7 and Annex E.

Future parts in the IEC 62321 series will gradually replace the corresponding clauses in IEC 62321:2008. Until such time as all parts are published, however, IEC 62321:2008 remains valid for those clauses not yet re-published as a separate part.

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

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

The committee has decided that the contents of the base publication and its amendment will remain unchanged until the stability 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 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) and polybrominated diphenyl ethers (PBDEs)) 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.

WARNING – Persons using this International Standard should be familiar with normal laboratory practice. This standard 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 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS

1 Scope

This part of IEC 62321 describes test methods for mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS.

This standard specifies the determination of the levels of mercury (Hg) contained in electrotechnical products. These materials are polymers, metals and electronics (e.g. printed wiring boards, fluorescent lamps, mercury switches). Batteries containing Hg should be handled as described in [1][1]. The interlaboratory study has only evaluated these test methods for plastics, other matrices were not covered.

This standard refers to the sample as the object to be processed and measured. What the sample is or how to get to the sample is defined by the entity carrying out the tests. Further guidance on obtaining representative samples from finished electronic products to be tested for levels of regulated substances may be found in IEC 62321-2. It is noted that the selection and/or determination of the sample may affect the interpretation of the test results.

This standard describes the use of four methods, namely CV-AAS (cold vapour atomic absorption spectrometry), CV-AFS (cold vapour atomic fluorescence spectrometry) ICP-OES (inductively coupled plasma optical emission spectrometry), and ICP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry) as well as several procedures for preparing the sample solution from which the most appropriate method of analysis can be selected by experts.

Analysis by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS allows the determination of the target element, mercury, with high precision (uncertainty in the low per cent range) and/or high sensitivity (down to the μg/kg level). The test procedures described in this standard are intended to provide the highest level of accuracy and precision for concentrations of mercury in the range from 4 mg/kg to 1 000 mg/kg. The procedures are not limited for higher concentrations.

For direct analysis, using thermal decomposition-gold amalgamation in conjunction with CV-AAS (TD(G)-AAS) can be also applied for mercury analysis without sample digestion, although the detection limits are higher than other methods due to the reduced sample size.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

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

---

1 Figures in square brackets refer to the bibliography.

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

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

IEC 62554, S*ample preparation for measurement of mercury level in fluorescent lamps*

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

2 To be published.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 30
INTRODUCTION 32
1 Domaine d'application 33
2 Références normatives 33
3 Termes, définitions et abréviations 34
3.1 Termes et définitions 34
3.2 Abréviations 35
4 Réactifs et matériaux 35
4.1 Généralités 35
4.2 Réactifs 36
4.3 Matériaux 37
5 Appareillage 37
5.1 Généralités 37
5.2 Appareillage 38
6 Echantillonnage et prise d'essai 38
7 Procédure 39
7.1 Digestion par voie humide (digestion de produits électroniques) 39
7.2 Digestion aux micro-ondes 39
7.3 Système de décomposition thermique-amalgame d'or 40
7.4 Préparation de la solution à base de réactif témoin 40
8 Etalonnage 40
8.1 Généralités 40
8.2 Elaboration de la courbe d'étalonnage 41
8.3 Mesure de l'échantillon 42
9 Calculs 42
10 Précision 43
11 Assurance et contrôle qualité 43
11.1 Généralités 43
11.2 Limites de détection (LOD) et limites de quantification (LOQ) 44
Annexe A (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 46
Annexe B (informative) Résultats des études internationales inter-laboratoires n°2 (IIS2) et 4A (IIS 4A) 51
Bibliographie 53

Figure A.1 – Digesteur chauffant équipé d'un récipient de réaction, d'un réfrigérant à reflux et d'un récipient d'absorption 46
Figure A.2 – Configuration de l'équipement avec AAS (exemple) 47
Figure A.3 – Tube collecteur de mercure (exemple) 48
Figure A.4 – Configuration (exemple) du spectromètre d'absorption atomique à décomposition thermique pour CCFL 49

Tableau 1 – Répétabilité et reproductibilité 43
Tableau 2 – Critères d'acceptation des éléments pour le contrôle qualité 44

Tableau 3 – Limite de détection de la méthode = $t \times s_{n-1}$ 45
Tableau A.1 – Programme de digestion (exemple) des échantillons aux micro-ondes (puissance fournie pour cinq récipients) 47
Tableau B.1 – Données statistiques pour TD(G)-AAS 51
Tableau B.2 – Données statistiques pour CV-AAS 51
Tableau B.3 – Données statistiques pour CV-AFS 51
Tableau B.4 – Données statistiques pour ICP-OES 51

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 4: Mercure dans les polymères, métaux et produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS

AVANT-PROPOS

1) La Commission Electrotechnique 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. A 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.

DÉGAGEMENT DE RESPONSABILITÉ
Cette version consolidée n'est pas une Norme IEC officielle, elle a été préparée par commodité pour l'utilisateur. Seules les versions courantes de cette norme et de son(ses) amendement(s) doivent être considérées comme les documents officiels.

Cette version consolidée de l'IEC 62439-1 porte le numéro d'édition 1.1. Elle comprend la première édition (2013-06) [documents 111/299/FDIS et 111/309/RVD] et son amendement 1 (2017-07) [documents 111/414/CDV et 111/431/RVC]. Le contenu technique est identique à celui de l'édition de base et à son amendement.

Cette version Finale ne montre pas les modifications apportées au contenu technique par les amendements 1 et 2. Une version Redline montrant toutes les modifications est disponible dans cette publication.

La Norme internationale IEC 62321-4 a été établie par le comité d'études 111 de la CEI: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques.

La première édition de l'IEC 62321:2008 était un document séparé qui comprenait une introduction, une présentation des méthodes d'essai, la préparation mécanique d'échantillon, ainsi que différents articles sur des méthodes d'essai.

Cette première édition de l'IEC 62321-4 remplace en partie l'IEC 62321:2008, faisant une révision structurelle et remplaçant, en général, l'Article 7 et l'Annexe E.

Les futures parties de la série IEC 62321 remplaceront, au feu et à mesure les articles correspondants de l'IEC 62321:2008. Cependant, et jusqu'au moment où toutes les parties seront publiées, l'IEC 62321:2008 reste valable pour les articles pas encore publiés en tant que nouvelle partie.

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

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

Le comité a décidé que le contenu de la publication de base et de son amendement 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 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, 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 cadmium (Cd) et les diphényléthers polybromés (PBDEs) dans les produits électrotechniques, est une source de préoccupation dans la législation régionale en vigueur et en cours d'élaboration.

L'objet de la série IEC 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 de certaines substances, sources de préoccupation, dans les produits électrotechniques.

AVERTISSEMENT – Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale aient une bonne connaissance des pratiques normales de laboratoire. La présente norme ne prétend pas aborder 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 avec les conditions réglementaires nationales.

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 4: Mercure dans les polymères, métaux et produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 décrit les méthodes d'essai pour le mercure dans les polymères, les métaux et les produits électroniques par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS.

La présente norme spécifie la détermination des niveaux de mercure (Hg) dans les produits électrotechniques. Ces matériaux sont des polymères, des matériaux métalliques et des produits électroniques (par exemple cartes imprimées, lampes fluorescentes, interrupteurs à mercure). Il convient que les batteries contenant du mercure soient traitées tel que décrit en [1] [1]. L'étude de comparaison inter-laboratoires a évalué uniquement ces méthodes d'essai pour les plastiques, les autres matrices n'ayant pas été évaluées.

La présente norme fait référence à l'échantillon comme étant l'objet à traiter et à mesurer. L'entité qui exécute les essais définit la nature de l'échantillon et la manière de l'obtenir. 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 l'IEC 62321-2. Il est à noter que la sélection et/ou la détermination de l'échantillon peuvent affecter l'interprétation des résultats de l'essai.

La présente norme décrit l'utilisation de quatre méthodes, à savoir CV-AAS (spectrométrie d'absorption atomique à vapeur froide), CV-AFS (spectrométrie de fluorescence atomique à vapeur froide, *cold vapour atomic fluorescence spectrometry*), ICP-OES (spectrométrie d'émission optique couplée à un plasma induit) et ICP-MS (spectrométrie de masse couplée à un plasma induit), ainsi que plusieurs procédures de préparation de la solution d'échantillon à partir de laquelle les experts peuvent choisir la méthode d'analyse la plus appropriée.

L'analyse par CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS permet de déterminer l'élément cible, le mercure, avec une grande précision (incertitude dans la plage basse des pourcentages) et/ou une grande sensibilité (jusqu'au niveau du μg/kg). Les procédures d'essai décrites dans la présente norme sont destinées à fournir le niveau le plus élevé d'exactitude et de précision pour des concentrations de mercure dans une plage comprise entre 4 mg/kg et 1 000 mg/kg. Les procédures ne sont pas limitées pour les concentrations plus élevées.

Pour une analyse directe, l'utilisation de la décomposition thermique-amalgame d'or avec le CV-AAS (TD(G)-AAS) peut également être envisageable pour l'analyse du mercure sans digestion de l'échantillon, même si les limites de détection sont supérieures à celles des autres méthodes en raison de la taille réduite de l'échantillon.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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).

_____

1 Les chiffres entre crochets se réfèrent à la bibliographie.

IEC 62321-1, *Detérmination de certaines substances dans les produits éléctroniques – Partie 1: Introduction et présentation*

IEC 62321-2, *Determination de certaines substances dans les produits éléctroniques – Part 2: Démontage, désassemblage et préparation mécanique de l'échantillon* [2]

IEC 62321-3-1, *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 3-1: Méthodes d'essai – Détection du plomb, du mercure, du cadmium, du chrome total et du brome total dans les produits électrotechniques en utilisant la spectrométrie par fluorescence X* [2]

IEC 62554, *Préparation des échantillons en vue de la mesure du niveau de mercure dans les lampes fluorescentes*

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