IEC 62321-7-1

Edition 1.0 2015-09

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

colour inside

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 7-1: Hexavalent chromium – Presence of hexavalent chromium (Cr(VI)) in colourless and coloured corrosion-protected coatings on metals by the colorimetric method

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 7-1: Chrome hexavalent – Présence de chrome hexavalent (Cr(VI)) dans les revêtements incolores et colorés de protection anticorrosion appliqués sur les métaux à l'aide de la méthode colorimétrique

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ICS 13.020; 43.040.10

ISBN 978-2-8322-2895-1

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

CONTENTS

FOREWORD 3
INTRODUCTION 5
1 Scope 6
2 Normative references 6
3 Terms, definitions and abbreviations 7
3.1 Terms and definitions 7
3.2 Abbreviations 7
4 Reagents 7
4.1 General 7
4.2 Reagents 7
5 Apparatus 7
5.1 General 7
5.2 Apparatus 7
6 Sampling 8
7 Boiling water extraction procedure 8
8 Calibration 11
8.1 Permanent calibration instruments 11
8.2 Traditional calibration instruments 11
9 Calculation 11
10 Precision 12
11 Quality assurance and control 12
11.1 Colorimetric instrument performance verification 12
11.2 Limits of detection (LOD) and limits of quantification (LOQ) 12
12 Test report 13
Annex A (informative) International inter-laboratory study on corrosion-protected coatings – Data overview 16
Bibliography 18

Figure 1 – Screw body and screw head measurements 9
Figure A.1 – Concentration of chromium VI based on surface area for all samples 16
Figure A.2 – Concentration of chromium VI based on surface area – Expanded view between 0 μg/cm^2 to 1 μg/cm^2 17

Table 1 – Comparison to standard solution and interpretation of results 11
Table 2 – Student's t values used for calculation of method detection limit (LOD or MDL = t-statistic × standard deviation (sn-1)) 13
Table 3 – Reporting table 14
Table 4 – Example of a completed reporting table 15

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

_____

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 7-1: Hexavalent chromium – Presence of hexavalent chromium (Cr(VI)) in colourless and coloured corrosion-protected coatings on metals by the colorimetric method

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 62321-7-1 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 62321-7-1 is a partial replacement of IEC 62321:2008, forming a structural revision and generally replacing informative Annex B.

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.

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

FDIS	Report on voting
111/380/FDIS	111/393/RVD

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

This publication has been drafted in accordance with 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 this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website 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 diphenylethers (PBDE's)) 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 7-1: Hexavalent chromium – Presence of hexavalent chromium (Cr(VI)) in colourless and coloured corrosion-protected coatings on metals by the colorimetric method

1 Scope

This part of IEC 62321 describes a boiling water extraction procedure intended to provide a qualitative determination of the presence of hexavalent chromium (Cr(VI)) in colourless and coloured corrosion-protection coatings on metallic samples.

Due to its highly reactive nature, the concentration of Cr(VI) in a corrosion-protection coating can change drastically with time and storage conditions. Since storage conditions prior to sample submission are not often known or provided with the samples, this procedure determines the presence of Cr(VI) based on the levels detected in the coatings at the time of testing. For testing of freshly coated samples, a minimum waiting period of 5 days (after the coating process) is necessary to ensure the coatings have stabilized. This waiting period allows potential post-process oxidation of Cr(III) to Cr(VI) to occur prior to testing.

The presence of Cr(VI) is determined by the mass of Cr(VI) per surface area of the coating, in $\mu g/cm^2$. This approach is preferred since corrosion-protection coating weights are often difficult to measure accurately after production. From a coating technology perspective, the industry as a whole has transitioned to either using the non-Cr(VI) based chemistries – where little to no Cr(VI) should be present – or using the traditional Cr(VI) based chemistries – where significant levels of Cr(VI) are present and can be detected reliably. Given this industry shift, the presence or absence of Cr(VI) is often sufficient for compliance testing purposes.

In this procedure, when Cr(VI) in a sample is detected below the 0,10 $\mu g/cm^2$ LOQ (limit of quantification), the sample is considered to be negative for Cr(VI). Since Cr(VI) may not be uniformly distributed in the coating even within the same sample batch, a “grey zone” between 0,10 $\mu g/cm^2$ and 0,13 $\mu g/cm^2$ has been established as “inconclusive” to reduce inconsistent results due to unavoidable coating variations. In this case, additional testing may be necessary to confirm the presence of Cr(VI). When Cr(VI) is detected above 0,13 $\mu g/cm^2$, the sample is considered to be positive for the presence of Cr(VI) in the coating layer.

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 certain substances in electrotechnical products – Part 1: Introduction and overview*

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

ISO 78-2, *Chemistry – Layouts for standards – Part 2: Methods of chemical analysis*

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 21
INTRODUCTION 23
1 Domaine d'application 24
2 Références normatives 24
3 Termes, définitions et abréviations 25
3.1 Termes et définitions 25
3.2 Abréviations 25
4 Réactifs 25
4.1 Généralités 25
4.2 Réactifs 25
5 Appareillage 26
5.1 Généralités 26
5.2 Appareillage 26
6 Échantillonnage 26
7 Procédure d'extraction à l'eau bouillante 27
8 Étalonnage 29
8.1 Instruments d'étalonnage permanents 29
8.2 Instruments d'étalonnage traditionnels 30
9 Calcul 30
10 Fidélité 30
11 Assurance qualité et contrôle de la qualité 31
11.1 Vérification des performances des instruments colorimétriques 31
11.2 Limites de détection (LOD) et limites de quantification (LOQ) 31
12 Rapport d'essai 32
Annexe A (informative) Étude internationale interlaboratoires relative aux revêtements de protection anticorrosion – Vue d'ensemble des données 35
Bibliographie 37

Figure 1 – Mesurages du corps de la vis et de la tête de la vis 27
Figure A.1 – Concentration en chrome hexavalent basée sur l'aire de l'ensemble des échantillons 35
Figure A.2 – Concentration en chrome hexavalent basée sur l'aire – Vue étendue entre 0 μg/cm^2 et 1 μg/cm^2 36

Tableau 1 – Comparaison avec la solution étalon et interprétation des résultats 29
Tableau 2 – Valeurs t de Student utilisées pour le calcul de la limite de détection de la méthode (LOD ou MDL = statistique-t × écart-type (sn-1)) 32
Tableau 3 – Tableau d'établissement de rapport 33
Tableau 4 – Exemple de tableau d'établissement de rapport complété 34

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 7-1: Chrome hexavalent – Présence de chrome hexavalent (Cr(VI)) dans les revêtements incolores et colorés de protection anticorrosion appliqués sur les métaux à l'aide de la méthode colorimétrique

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.

La Norme internationale IEC 62321-7-1 a été établie par le comité d'études 111 de l'IEC: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques.

La première édition de l'IEC 62321:2008 était une norme "autonome" qui comprenait une introduction, une vue d'ensemble des méthodes d'essai, la préparation mécanique d'échantillon, ainsi que différents articles relatifs à des méthodes d'essai.

Cette première édition de l'IEC 62321-7-1 remplace en partie l'IEC 62321:2008, formant une révision structurelle et remplaçant, en général, l'Annexe B informative.

Les futures parties de la série IEC 62231 remplaceront au fur 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 qui n'ont pas encore été publiés en tant que nouvelle partie.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
111/380/FDIS	111/393/RVD

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

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/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 cette publication 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 l'adaptation de réglementations relatives aux déchets, aux substances et à la consommation d'énergie des produits électrotechniques.

L'utilisation de certaines substances (comme le plomb (Pb), le cadmium (Cd) et les diphényléthers polybromés (PBDE)) 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 et de manière cohérente, des méthodes d'essai qui permettent 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 aux conditions réglementaires nationales.

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 7-1: Chrome hexavalent – Présence de chrome hexavalent (Cr(VI)) dans les revêtements incolores et colorés de protection anticorrosion appliqués sur les métaux à l'aide de la méthode colorimétrique

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 décrit une procédure d'extraction à l'eau bouillante destinée à assurer une détermination qualitative de la présence de chrome hexavalent (Cr(VI)) dans les revêtements incolores et colorés de protection anticorrosion d'échantillons métalliques.

Du fait de sa nature hautement réactive, la concentration en chrome hexavalent dans un revêtement de protection anticorrosion peut changer considérablement avec le temps et en fonction des conditions de stockage. Étant donné que les conditions de stockage utilisées avant la présentation d'échantillons ne sont souvent pas connues ou fournies avec les échantillons, cette procédure détermine la présence de chrome hexavalent sur la base des niveaux détectés dans les revêtements au moment des essais. Concernant les essais sur des échantillons fraîchement revêtus, un temps d'attente minimal de 5 jours (à l'issue du processus de revêtement) est nécessaire pour garantir que les revêtements se sont stabilisés. Ce temps d'attente permet à l'éventuelle oxydation après le processus du Cr(III) en Cr(VI) de se produire avant les essais.

La présence de chrome hexavalent est déterminée par la masse de chrome hexavalent sur l'aire du revêtement, en $\mu g/cm^2$. Cette approche est préférentielle car les poids des revêtements de protection anticorrosion sont souvent difficiles à mesurer avec exactitude après la production. En ce qui concerne la technologie du revêtement, l'ensemble de l'industrie utilise désormais soit les produits chimiques non basés sur du chrome hexavalent – dans lesquels il convient qu'il y ait peu ou pas du tout de chrome hexavalent – soit les produits chimiques traditionnels basés sur du chrome hexavalent – dans lesquels des niveaux significatifs de chrome hexavalent sont présents et détectables de façon fiable. Compte tenu de cette évolution dans l'industrie, la présence ou l'absence de chrome hexavalent est souvent suffisante pour les essais de conformité.

Dans la présente procédure, lorsque du chrome hexavalent est détecté sur un échantillon selon une valeur inférieure à 0,10 $\mu g/cm^2$ de la limite de quantification (LOQ)[1] , l'échantillon est considéré comme négatif au chrome hexavalent. Dans la mesure où le chrome hexavalent peut ne pas être uniformément réparti sur le revêtement, et ce même au sein du même lot d'échantillons, une "zone grise" comprise entre 0,10 $\mu g/cm^2$ et 0,13 $\mu g/cm^2$ a été établie comme "non concluante" pour réduire l'incohérence des résultats due à des variations inévitables de revêtement. Dans ce cas, des essais supplémentaires peuvent être nécessaires pour confirmer la présence de chrome hexavalent. Si du chrome hexavalent est détecté selon une valeur supérieure à 0,13 $\mu g/cm^2$, l'échantillon est considéré comme positif dans le cadre de la présence de chrome hexavalent dans la couche de revêtement.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les

---

1 LOQ = *limit of quantification*

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 62321-1, *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 1: Introduction et présentation*

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

ISO 78-2, *Chimie – Plans de normes – Partie 2: Méthodes d'analyse chimique*

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