IEC 62321-7-2

Edition 1.0 2017-03

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 7-2: Hexavalent chromium – Determination of hexavalent chromium (Cr(VI)) in polymers and electronics by the colorimetric method

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 7-2: Chrome hexavalent – Détermination du chrome hexavalent (Cr(VI)) dans les polymères et les produits électroniques par méthode colorimétrique

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 31.020; 71.040.50

ISBN 978-2-8322-4085-4

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 abbreviated terms 6
3.1 Terms and definitions 6
3.2 Abbreviated terms 7
4 Reagents 7
4.1 General 7
4.2 Reagents 7
5 Apparatus 8
5.1 General 8
5.2 Apparatus 8
6 Sampling 9
7 Test procedure 9
7.1 Extraction of Cr(VI) in soluble polymers – ABS, PC and PVC matrixes 9
7.2 Extraction of Cr(VI) in insoluble/unknown polymers and electronics – without Sb 10
8 Calibration 11
8.1 Permanent calibration instruments 11
8.2 Traditional calibration instruments 11
8.2.1 General 11
9 Calculation 12
10 Precision 13
11 Quality assurance and control 14
11.1 General method 14
11.2 Matrix spike recovery correction method 14
12 Limits of detection (LOD) and limits of quantification (LOQ) 14
12.1 General 14
12.2 Determination of LOD and LOQ 15
13 Test report 16
Bibliography 17

Table 1 – Statistical data of all IIS trails 13
Table 2 – Method detection limit = $t \times s_{n-1}$ 16

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

_____

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 7-2: Hexavalent chromium – Determination of hexavalent chromium (Cr(VI)) in polymers and electronics 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 62321-7-2 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 62321-7-2 is a partial replacement of IEC 62321:2008, forming a structural revision and generally replacing Annex C. IEC 62321-7-2 is the final replacement part of the corresponding clauses in IEC 62321:2008.

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

CDV	Report on voting
111/408/CDV	111/432/RVC

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 hexavalent chromium in electrotechnical products is of concern in many regions of the world.

The purpose of this document is therefore to provide test methods that will allow the electrotechnical industry to determine the levels of hexavalent chromium in electrotechnical products on a consistent global basis.

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 7-2: Hexavalent chromium – Determination of hexavalent chromium (Cr(VI)) in polymers and electronics by the colorimetric method

1 Scope

This part of IEC 62321 describes procedures to measure hexavalent chromium, Cr(VI), quantitatively in samples of polymers and electronics. This method employs organic solvent to dissolve or swell the sample matrix, followed by an alkaline digestion procedure to extract Cr(VI) from samples. Studies have shown that organic/alkaline solution is more effective than acidic solution in extracting Cr(VI) from soluble and insoluble samples. Minimal reduction of Cr(VI) to Cr(III) or oxidation of Cr(III) to Cr(VI) occurs under alkaline conditions.

For soluble polymers consisting of ABS (Acrylonitrile- butadiene-styrene), PC (Polycarbonate) and PVC (poly(vinyl chloride)), the samples are first dissolved in an appropriate organic solvent and Cr(VI) is then extracted by an alkaline extraction solution.

For insoluble/unknown polymers, or electronic materials that do not contain antimony (Sb), the samples are digested in a toluene/alkaline solution at 150 °C to 160 °C. Then the organic phase in the extracts are separated and discarded; the inorganic phase is retained for Cr(VI) analysis.

The Cr(VI) concentration in the extract is determined by its reaction under acidic conditions with 1,5-diphenylcarbazide. Cr(VI) is reduced to Cr(III) in the reaction with diphenylcarbazide which is oxidized to diphenylcarbazone. The Cr(III) and diphenylcarbazone form a red-violet-coloured complex in the reaction. The complex solution is measured quantitatively by a colorimeter or a spectrophotometer at 540 nm.

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

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

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 19
INTRODUCTION 21
1 Domaine d'application 22
2 Références normatives 22
3 Termes, définitions et termes abrégés 22
3.1 Termes et définitions 22
3.2 Termes abrégés 23
4 Réactifs 23
4.1 Généralités 23
4.2 Réactifs 23
5 Appareils 24
5.1 Généralités 24
5.2 Appareils 24
6 Échantillonnage 25
7 Procédure d'essai 25
7.1 Extraction du Cr(VI) dans les polymères solubles – Matrices d'acrylonitrile butadiène styrène (ABS), de polycarbonate (PC) et de polychlorure de vinyle (PVC) 25
7.2 Extraction du Cr(VI) dans les polymères insolubles/inconnus et les produits électroniques – sans antimoine 26
8 Étalonnage 28
8.1 Instruments d'étalonnage permanent 28
8.2 Instruments d'étalonnage traditionnel 28
8.2.1 Généralités 28
9 Calcul 29
10 Fidélité 30
11 Assurance qualité et contrôle de la qualité 31
11.1 Méthode générale 31
11.2 Méthode de correction du taux de récupération de la matrice dopée 31
12 Limites de détection (LOD) et limites de quantification (LOQ) 32
12.1 Généralités 32
12.2 Détermination de la limite de détection et de la limite de quantification 33
13 Rapport d'essai 34
Bibliographie 35

Tableau 1 – Analyse statistique des résultats de l'étude internationale interlaboratoires (IIS) 31
Tableau 2 – Limite de détection de la méthode = $t \times s_{n-1}$ 34

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 7-2: Chrome hexavalent – Détermination du chrome hexavalent (Cr(VI)) dans les polymères et les produits électroniques par méthode colorimétrique

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 62321-7-2 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 62321-7-2 remplace en partie l'IEC 62321:2008, constituant une révision structurelle et remplaçant, en général, l'Annexe C. L'IEC 62321-7-2 remplace définitivement les articles correspondants dans l'IEC 62321:2008.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

CDV	Rapport de vote
111/408/CDV	111/432/RVC

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. À cette date, la publication sera

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

INTRODUCTION

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

L'utilisation du chrome hexavalent dans les produits électrotechniques est une source de préoccupation dans de nombreuses régions du monde.

L'objet du présent document 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 chrome hexavalent dans les produits électrotechniques.

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant le présent document aient une bonne connaissance des pratiques normales de laboratoire. Le présent document 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 7-2: Chrome hexavalent – Détermination du chrome hexavalent (Cr(VI)) dans les polymères et les produits électroniques par méthode colorimétrique

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 décrit des procédures de mesure quantitative du chrome hexavalent, Cr(VI), dans des échantillons de polymères et de produits électroniques. Cette méthode emploie un solvant organique destiné à dissoudre ou à faire gonfler la matrice de l'échantillon, puis une procédure de digestion alcaline visant à extraire le chrome hexavalent des échantillons. Des études ont démontré que la solution alcaline/organique est plus efficace que la solution acide pour extraire le Cr(VI) d'échantillons solubles et insolubles. La réduction minimale du Cr(VI) en Cr(III) ou l'oxydation du Cr(III) en Cr(VI) se produit en milieu alcalin.

Pour les polymères solubles composés d'acrylonitrile butadiène styrène (ABS), de polycarbonate (PC) et de polychlorure de vinyle (PVC), les échantillons sont d'abord dissous dans un solvant organique approprié, puis le Cr(VI) est extrait au moyen d'une solution d'extraction alcaline.

Pour les polymères insolubles/inconnus ou les matériaux électroniques qui ne contiennent pas d'antimoine (Sb), les échantillons sont digérés dans une solution alcaline à base de toluène portée à une température comprise entre 150 °C et 160 °C. La phase organique présente dans les extraits est ensuite séparée et éliminée; la phase inorganique est conservée pour l'analyse du Cr(VI).

La concentration de Cr(VI) dans l'extrait est déterminée par sa réaction avec le 1,5 diphénylcarbazide en milieu acide. Le Cr(VI) est réduit en Cr(III) lors de la réaction avec le diphénylcarbazide qui est oxydé en diphénylcarbazone. Le Cr(III) et le diphénylcarbazone forment un complexe rouge-violet à l'issue de la réaction. La solution complexe est mesurée quantitativement par un colorimètre ou un spectrophotomètre à une longueur d'onde 540 nm.

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

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