

INTERNATIONAL STANDARD



HORIZONTAL STANDARD

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

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

ICS 13.020.01; 43.040.10

ISBN 978-2-8322-8590-9

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

CONTENTS

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

Annex B (informative) Screening for fluorine, chlorine, bromine and iodine in polymers and electronics by oxygen flask combustion-ion chromatography	28
B.1 General.....	28
B.2 Principle	28
B.3 Reagents and materials	28
B.4 Apparatus	28
B.5 Sampling.....	29
B.5.1 General	29
B.5.2 Solid and paste-like samples	29
B.5.3 Liquid samples	29
B.6 Procedure	29
B.6.1 General	29
B.6.2 Choice of the absorption solution.....	29
B.6.3 Combustion	30
B.7 Ion chromatographic analysis, calculation, quality assurance and control and test report	30
Annex C (informative) Example of a combustion device and IC system	31
Annex D (informative) Screening for iodine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC).....	32
D.1 General.....	32
D.2 Principle	32
D.3 Reagents and materials	32
D.4 Apparatus	33
D.5 Sampling.....	34
D.6 Procedure	34
D.6.1 Combustion	34
D.6.2 IC analysis.....	35
D.6.3 Blank test	35
D.6.4 Cleaning and recalibration	35
D.6.5 Calibration	35
D.7 Measurement of the sample	36
D.8 Interference	36
D.9 Calculation.....	36
Annex E (informative) Results of international interlaboratory study	
#4A (IIS 4A) (IIS 4A and IIS 3-2).....	38
Annex F (informative) Additional results of TG 3-2 test	41
Annex G (informative) Additional validation data	43
Annex H (informative) Additional IC data	45
Bibliography.....	47
Figure A.1 – Example of oxygen bomb combustion device	27
Figure B.1 – Example of oxygen flask combustion device	30
Figure B.2 – Example of wrapping of sample	30
Figure C.1 – Example of a combustion device connected to an ion chromatograph (IC)	31
Figure C.2 – Example of ion chromatographic system	31
Figure H.1 – Example of a chromatogram of the standard solution (4 mg/kg of each standard) by IC	45

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES
IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –****Part 3-2: Screening – Fluorine, chlorine and ~~total~~ bromine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC)****FOREWORD**

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as “IEC Publication(s)”). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

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

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

This second edition cancels and replaces the first edition published in 2013. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

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

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

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

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

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

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

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific document. At this date, the document will be

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

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

INTRODUCTION

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

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

The purpose of the IEC 62321 series is therefore to provide test methods that will allow the electrotechnical industry to determine the levels of certain substances ~~of concern~~ in electrotechnical products on a consistent global basis.

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

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

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

WARNING – Persons using this document should be familiar with normal laboratory practice. This document does not purport to address all of the safety problems, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user to establish appropriate safety and health practices and to ensure compliance with any national regulatory conditions.

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

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

1 Scope

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

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

~~IEC 62321-1, Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 1: Introduction and overview¹~~

IEC 62321-2, Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 2: Disassembly, ~~disjointment~~ *disjunction* and mechanical sample preparation¹

~~IEC 62321-3-1, Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 3-1: Screening – Lead, mercury, cadmium, total chromium and total bromine in electrotechnical products using X-ray fluorescence spectrometry²~~

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

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

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

¹~~To be published.~~

²~~To be published.~~

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

HORIZONTAL STANDARD

NORME HORIZONTALE

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

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

CONTENTS

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

B.2	Principle	25
B.3	Reagents and materials	25
B.4	Apparatus	25
B.5	Sampling.....	26
B.5.1	General	26
B.5.2	Solid and paste-like samples	26
B.5.3	Liquid samples	26
B.6	Procedure	26
B.6.1	General	26
B.6.2	Choice of the absorption solution.....	26
B.6.3	Combustion	27
B.7	Ion chromatographic analysis, calculation, quality assurance and control and test report	27
Annex C (informative)	Example of a combustion device and IC system	28
Annex D (informative)	Screening for iodine in polymers and electronics by combustion-ion chromatography (C-IC).....	29
D.1	General.....	29
D.2	Principle	29
D.3	Reagents and materials	29
D.4	Apparatus	30
D.5	Sampling.....	31
D.6	Procedure	31
D.6.1	Combustion	31
D.6.2	IC analysis.....	32
D.6.3	Blank test	32
D.6.4	Cleaning and recalibration	32
D.6.5	Calibration.....	32
D.7	Measurement of the sample	33
D.8	Interference	33
D.9	Calculation.....	33
Annex E (informative)	Results of international interlaboratory study (IIS 4A and IIS 3-2).....	35
Annex F (informative)	Additional results of TG 3-2 test	38
Annex G (informative)	Additional validation data	40
Annex H (informative)	Additional IC data	42
Bibliography		44
Figure A.1	– Example of oxygen bomb combustion device	24
Figure B.1	– Example of oxygen flask combustion device	27
Figure B.2	– Example of wrapping of sample	27
Figure C.1	– Example of a combustion device connected to an ion chromatograph (IC)	28
Figure C.2	– Example of ion chromatographic system	28
Figure H.1	– Example of a chromatogram of the standard solution (4 mg/l of each standard) by IC	42
Table 1	– Tested concentration ranges for fluorine by C-IC in various materials.....	8
Table 2	– Tested concentration ranges for chlorine by C-IC in various materials.....	8
Table 3	– Tested concentration ranges for bromine by C-IC in various materials.....	8

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES
IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –****Part 3-2: Screening – Fluorine, chlorine and bromine in polymers and
electronics by combustion-ion chromatography (C-IC)****FOREWORD**

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

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

This second edition cancels and replaces the first edition published in 2013. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

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

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

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

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

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

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

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific document. At this date, the document will be

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

INTRODUCTION

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

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

The purpose of the IEC 62321 series is therefore to provide test methods that will allow the electrotechnical industry to determine the levels of certain substances in electrotechnical products on a consistent global basis.

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

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

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

WARNING – Persons using this document should be familiar with normal laboratory practice. This document does not purport to address all of the safety problems, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user to establish appropriate safety and health practices and to ensure compliance with any national regulatory conditions.

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

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

1 Scope

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

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

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

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

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

SOMMAIRE

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

B.2	Principe	70
B.3	Réactifs et matériaux	70
B.4	Appareils	71
B.5	Échantillonnage	71
B.5.1	Généralités	71
B.5.2	Échantillons solides et pâteux.....	71
B.5.3	Échantillons liquides	71
B.6	Mode opératoire.....	72
B.6.1	Généralités	72
B.6.2	Choix de la solution d'absorption	72
B.6.3	Combustion	72
B.7	Analyse par chromatographie ionique, calcul, assurance de la qualité et contrôle qualité et rapport d'essai	72
Annexe C (informative)	Exemple de dispositif de combustion et de système de CI	74
Annexe D (informative)	Détection de l'iode dans les polymères et les produits électroniques par combustion-chromatographie ionique (C-CI)	75
D.1	Généralités	75
D.2	Principe	75
D.3	Réactifs et matériaux	75
D.4	Appareils	77
D.5	Échantillonnage	78
D.6	Mode opératoire.....	78
D.6.1	Combustion	78
D.6.2	Analyse CI	79
D.6.3	Essai à blanc	79
D.6.4	Nettoyage et réétalonnage.....	79
D.6.5	Étalonnage	79
D.7	Mesurage de l'échantillon	80
D.8	Interférence	80
D.9	Calcul	80
Annexe E (informative)	Résultats de l'étude internationale interlaboratoire (IIS 4A et IIS 3-2)	81
Annexe F (informative)	Résultats supplémentaires de l'essai TG 3-2	84
Annexe G (informative)	Données de validation supplémentaires	86
Annexe H (informative)	Données supplémentaires de CI.....	88
Bibliographie.....		90
Figure A.1 – Exemple de dispositif de combustion de la bombe à oxygène		69
Figure B.1 – Exemple de dispositif de combustion de la bombe à oxygène		73
Figure B.2 – Exemple d'enveloppement de l'échantillon.....		73
Figure C.1 – Exemple de dispositif de combustion relié à un chromatographe ionique (CI).....		74
Figure C.2 – Exemple de système de chromatographie ionique.		74
Figure H.1 – Exemple de chromatographe de la solution étalon (4 mg/l de chaque étalon) par CI.....		88
Tableau 1 – Plages de concentration de fluor soumises à l'essai par C-CI dans différents matériaux		52

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

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES
DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –****Partie 3-2: Détection – Fluor, chlore et brome dans les polymères et les
produits électroniques par combustion-chromatographie ionique (C-CI)****AVANT-PROPOS**

- 1) La Commission Électrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. À cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés « Publication(s) de l'IEC »). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

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

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

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

- a) La précédente édition présentait une méthode d'essai de détection pour le brome (Br) seulement. La présente édition ajoute, dans sa partie normative, une méthode d'essai de détection par C-Cl pour le fluor (F), le chlore (Cl) et le brome (Br).
- b) Une méthode d'essai de détection par C-Cl de l'iode a été ajoutée à l'Annexe D (informative).

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

FDIS	Rapport de vote
111/573/FDIS	111/577/RVD

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

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

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

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous « <http://webstore.iec.ch> » dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

INTRODUCTION

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

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

L'objet de la série IEC 62321 est par conséquent de fournir, à une échelle mondiale et de manière cohérente, des méthodes d'essai qui permettront à l'industrie électrotechnique de déterminer les niveaux de certaines substances dans les produits électrotechniques.

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

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

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

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

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

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

1 Domaine d'application

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

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

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

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