



INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Determination of certain substances in electrotechnical products –
Part 3-2: Screening – Total bromine in polymers and electronics by Combustion
– Ion Chromatography**

**Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques –
Partie 3-2: Méthodes d'essai – Brome total dans les polymères et les produits
électriques par Combustion – Chromatographie d'Ionisation**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX



ICS 13.020; 43.040.10

ISBN 978-2-83220-840-3

**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.**

CONTENTS

FOREWORD	4
INTRODUCTION	6
1 Scope	7
2 Normative references	7
3 Terms, definitions and abbreviations	8
3.1 Terms and definitions	8
3.2 Abbreviations	9
4 Principle	9
4.1 Overview	9
4.2 Principle of test	10
5 Reagents and materials	10
6 Apparatus	11
7 Sampling	12
8 Procedure	12
8.1 Combustion	12
8.2 IC analysis	13
8.3 Blank test	13
8.4 Cleaning and recalibration	13
8.5 Calibration	13
8.6 Measurement of the sample	14
8.7 Interference	14
9 Calculation	14
10 Precision	14
11 Quality assurance and control	15
11.1 General	15
11.2 Limits of detection (LOD) and limits of quantification (LOQ)	15
12 Test report	16
Annex A (informative) Oxygen bomb combustion-ion chromatography	17
Annex B (informative) Oxygen flask combustion-ion chromatography	22
Annex C (informative) Example of a combustion device and IC system	25
Annex D (informative) Results of international interlaboratory study #4A (IIS 4A)	26
Annex E (informative) Additional results of TG 3-2 test	27
Annex F (informative) Additional validation data	29
Annex G (informative) Additional IC data	30
Bibliography	31
Figure A.1 – Example of the oxygen bomb combustion device	21
Figure B.1 – Example of the oxygen flask combustion device	24
Figure B.2 – Example of wrapping of sample	24
Figure C.1 – Example of a combustion device connected to IC	25
Figure C.2 – Example of ion chromatographic system	25
Figure G.1 – Example of a chromatogram of the standard solution (4 mg/kg of each standard) by IC	30

Table 1 – Tested concentration ranges for bromine by C-IC in various materials.....	7
Table 2 – Acceptance criteria of items for quality control	15
Table 3 – Student’s t values used for calculation of method detection limit (*MDL= $t \times s_{n-1}$)	16
Table D.1 – Mean results and recovery rates for total bromine obtained in the IIS4A study using C-IC	26
Table D.2 – Statistical total bromine data for IIS 4A results using C-IC	26
Table E.1 – Mean results and recovery rates for total bromine obtained in the TG 3-2 internal test study by using C-IC	27
Table E.2 – Mean results and recovery rates for total bromine obtained in the TG 3-2 internal test study by using Oxygen bomb-IC	28
Table F.1 – General conditions for the combustion furnace and the absorption solution	29
Table F.2 – Additional information – Difference in sample sizes and measured bromine values in solder paste with burning aid (WO_3 powder)	29
Table F.3 – Additional information – Difference in combustion temperatures and measured bromine values in solder paste with burning aid (WO_3 powder).....	29
Table G.1 – Typical operating conditions for IC.....	30
Table G.2 – Example of calibration solutions for IC	30

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 3-2: Screening – Total bromine in polymers and electronics by Combustion – Ion Chromatography

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.

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 62321-3-2 introduces a new clause in the IEC 62321 series.

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
111/300/FDIS	111/310/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 web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

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

INTRODUCTION

The widespread use of electrotechnical products has drawn increased attention to their impact on the environment. In many countries 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) and polybrominated diphenyl ethers (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 3-2: Screening – Total bromine in polymers and electronics by Combustion – Ion Chromatography

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 test method has been evaluated for ABS (acrylonitrile butadiene styrene), EMC (epoxy molding compound), and PE (polyethylene) within the concentration ranges as specified in Table 1.

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 bromine by C-IC in various materials

Substance/element	Bromine			
Parameter	Unit of measure mg/kg	Medium/material tested		
		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.

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

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

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

¹ To be published.

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, *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	34
INTRODUCTION	36
1 Domaine d'application	37
2 Références normatives	37
3 Termes, définitions et abréviations	38
3.1 Termes et définitions	38
3.2 Abréviations	39
4 Principe	39
4.1 Vue d'ensemble	39
4.2 Principe de l'essai	40
5 Réactifs et matériaux	40
6 Appareils	41
7 Échantillonnage	43
8 Mode opératoire	43
8.1 Combustion	43
8.2 Analyse d'IC (Chromatographie d'ionisation, en anglais: «Ion chromatography»)	43
8.3 Essai témoin	44
8.4 Nettoyage et réétalonnage	44
8.5 Étalonnage	44
8.6 Mesure de l'échantillon	44
8.7 Interférence	44
9 Calcul	45
10 Justesse	45
11 Assurance qualité et contrôle de la qualité	45
11.1 Généralités	45
11.2 Limites de détection (LOD) (en anglais: «Limit of detection») et limites de quantification (LOQ) (en anglais: «Limit of quantification»)	46
12 Rapport d'essai	47
Annexe A (informative) Combustion-chromatographie d'ionisation d'une bombe à oxygène	48
Annexe B (informative) Combustion-chromatographie d'ionisation d'une fiole à oxygène	54
Annexe C (informative) Exemple de dispositif de combustion et de système d'IC (Chromatographie d'ionisation, en anglais: «Ion chromatography»)	58
Annexe D (informative) Résultats de l'étude internationale Interlaboratoires #4A (IIS 4A)	59
Annexe E (informative) Résultats supplémentaires de l'essai TG 3-2	60
Annexe F (informative) Données de validation supplémentaires	62
Annexe G (informative) Données supplémentaires d'IC (Chromatographie d'ionisation, en anglais: «Ion chromatography»)	63
Bibliographie	64
Figure 1 – Exemple de dispositif de combustion de la bombe à oxygène	53
Figure B.1 – Exemple de dispositif de combustion de la fiole à oxygène	56

Figure B.2 – Exemple d'enveloppement de l'échantillon	57
Figure C.1 – Exemple de dispositif de combustion relié à l'IC	58
Figure C.2 – Exemple de système de chromatographie d'ionisation	58
Figure G.1 – Exemple de chromatographe de la solution étalon (4 mg/kg de chaque étalon) par IC.....	63
Tableau 1 – Plages de concentration de brome soumises à l'essai par C-IC dans divers matériaux	37
Tableau 2 – Critères d'acceptation des éléments pour le contrôle de la qualité	46
Tableau 3 – Valeurs de t de Student utilisées pour le calcul de la limite de détection de la méthode ($*MDL = t \times s_{n-1}$).....	47
Tableau D.1 – Résultats moyens et taux de récupération pour le brome total obtenu dans l'étude IIS4A en utilisant une C-IC (Combustion – Chromatographie d'ionisation, en anglais: «Combustion – Ion chromatography»).....	59
Tableau D.2 – Données statistiques de brome total pour les résultats IIS 4A en utilisant le C-IC	59
Tableau E.1 – Résultats moyens et taux de récupération pour le brome total obtenu dans l'étude d'essai interne TG 3-2 en utilisant le C-IC	60
Tableau E.2 – Résultats moyens et taux de récupération pour le brome total obtenu dans l'étude d'essai interne TG 3-2 en utilisant la bombe d'oxygène d'IC	61
Tableau F.1 – Conditions générales pour le four de combustion et la solution d'absorption	62
Tableau F.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)	62
Tableau F.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).....	62
Tableau G.1 – Conditions de fonctionnement types pour l'IC.....	63
Tableau G.2 – Exemple de solutions d'étalonnage pour IC.....	63

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 3-2: Méthodes d'essai – Brome total dans les polymères et les produits électriques par Combustion – Chromatographie d'ionisation

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI 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, la CEI – 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 la CEI"). 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 la CEI, participent également aux travaux. La CEI 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 la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI 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 la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI 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 la CEI. La CEI 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 la CEI, 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 la CEI, 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 la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, 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 la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI 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 CEI 62321-3-2 a été établie par le comité d'études 111 de la CEI: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques.

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

Cette première édition de la CEI 62321-3-2 introduit un nouvel article dans la série CEI 62321.

Les futures parties de la série CEI 62321 remplaceront, au feu et à mesure les articles correspondant de la CEI 62321:2008. Cependant, et jusqu'au moment où toutes les parties

sont publiées, la CEI 62321:2008 reste valable pour les articles pas encore publiées en tant que nouvelle partie.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
111/300/FDIS	111/310/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/CEI, Partie 2.

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

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

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

INTRODUCTION

L'utilisation largement répandue des produits électrotechniques a attiré une attention accrue concernant leur impact sur l'environnement. Dans de nombreux pays, cela a conduit à une adaptation des 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) et les diphenyléthers polybromés (PBDE)) dans les produits électrotechniques est une source d'inquiétude dans la législation régionale actuelle et proposée.

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

AVERTISSEMENT – Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale aient une bonne connaissance des pratiques normales de laboratoire. La présente norme ne prétend pas aborder tous les problèmes de sécurité éventuels associés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de mettre en place les pratiques adéquates de sécurité et de santé, mais aussi d'assurer la conformité avec les conditions réglementaires nationales.

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 3-2: Méthodes d'essai – Brome total dans les polymères et les produits électriques par Combustion – Chromatographie d'ionisation

1 Domaine d'application

La Partie 3-2 de la CEI 62321 définit l'analyse par détection du brome total (Br) dans des matériaux homogènes que l'on trouve dans les polymères et les produits électroniques en utilisant la technique analytique de combustion de la chromatographie d'ionisation (C-IC).

Cette méthode d'essai a été évaluée pour l'ABS (acrylonitrile butadiène styrène), l'EMC (composé de moulage époxy) et le PE (polyéthylène) dans les plages de concentration indiquées dans le Tableau 1.

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 brome soumises
à l'essai par C-IC dans divers matériaux**

Substance/élément	Brome			
Paramètre	Unité de mesure mg/kg	Milieu/matériau soumis à l'essai		
		ABS	EMC	PE
Concentration ou plage de concentrations vérifiée par essai		124 à 890	195 à 976	96

Cette norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité, s'il y a lieu, associés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente norme de déterminer les pratiques de sécurité et de santé appropriées et de déterminer l'applicabilité des limitations réglementaires avant utilisation.

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 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).

CEI 60754-1:2011, *Essai sur les gaz émis lors de la combustion des matériaux des câbles – Partie 1: Détermination de la quantité de gaz acide halogéné*

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

¹ À publier.

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

CEI 62321-3-1, *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 3-1: Méthodes d'essai – Du plomb, du mercure, du cadmium, du chrome total et du brome total dans les produits électrotechniques par spectrométrie par fluorescence X²*

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/DIS 10304-1:2006, *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*

² A publier.