

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



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

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



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2013 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembé
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables you to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...).

It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available on-line and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Liens utiles:

Recherche de publications CEI - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...).

Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



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

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

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

Q

ICS 13.020; 43.040.10

ISBN 978-2-83220-815-1

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD.....	3
INTRODUCTION.....	5
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms, definitions and abbreviations	6
3.1 Terms and definitions	6
3.2 Abbreviations	8
4 Test methods – Overview	8
4.1 Field of application	8
4.2 Sample.....	9
4.3 Test methods – Flow chart	9
4.4 Quality assurance and control	12
4.5 Blank solution.....	12
4.6 Adjustment to the matrix.....	12
4.7 Limits of detection (LOD) and limits of quantification (LOQ).....	12
4.8 Test report	13
4.9 Alternative test methods	13
Annex A (informative) Limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) – Example of calculation	14
Bibliography.....	16
 Figure 1 – Flow chart of the test methods	 10
 Table 1 – Overview of typical screening and verification testing procedure elements – Preparation.....	 11
Table 2 – Overview of typical screening and verification testing procedure elements – Substance type	12
Table A.1 – Experimental results	14
Table A.2 – Students <i>t</i> -values (<i>t</i> -statistic).....	14
Table A.3 – Calculation results	15

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES
IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –****Part 1: Introduction and overview****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 62321-1 has been prepared by IEC technical committee 111: Environmental standardization for electrical and electronic products and systems.

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

This first edition of IEC 62321-1 is a partial replacement of IEC 62321, forming a structural revision and replacing Clauses 1 to 4.

Future parts in the IEC 62321 series will gradually replace the corresponding clauses from 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
111/295/FDIS	111/306/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.

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

INTRODUCTION

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

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

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

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

The structure of the new multi-part IEC 62321 series comprises:

- Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 1: Introduction and overview.
- Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation.

The remaining parts specify screening and verification test methods for the determination of certain substances, each part representing a given substance.

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 1: Introduction and overview

1 Scope

This part of IEC 62321 refers to the sample as the object to be processed and measured. The nature of the sample and the manner in which it is acquired is defined by the entity carrying out the tests and not by this standard.

It is noted that the selection of the sample may affect the interpretation of the test results.

While this standard provides guidance on the disassembly procedure employed for obtaining a sample, it does not determine or specify:

- the level of the disassembly procedure required for obtaining a sample;
- the definition of a “unit” or “homogenous material” as the sample;
- conformity assessment procedures.

NOTE Further guidance on assessment procedures may be found in IEC/TR 62476 [2].

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.

ISO 78-2:1999, *Chemistry – Layouts for standards – Part 2: Methods of chemical analysis*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Terms, definitions and abbreviations

3.1 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

3.1.1

analyte

substance to be measured

3.1.2

electronics

material used in electrical or electronic equipment that is not metal or plastic (e.g. ceramic) or not uniform in composition throughout and cannot be practically disassembled to individual discrete materials

EXAMPLE Resistors, capacitors, diodes, integrated circuits, hybrids, application-specific integrated circuits, wound components, relays and their materials.

3.1.3**field replaceable unit**

part, component or subassembly that is easily removed (mechanically disjointed) using ordinary tools

Note 1 to entry: “Easily removed” means using ordinary tools to perform such functions as screwing or disconnecting, and only without irreversibly destroying the unit.

[SOURCE: IEC Guide 114:2005, definition 3.7] [3]

3.1.4**matrix**

substance or mixture and its form or state in which analyte is embedded or to which analyte is attached

3.1.5**performance-based measurement system**

set of processes wherein the data needs, mandates or limitations of a program or project are specified, serving as criteria for selecting appropriate methods to meet those needs in a cost-effective manner

Note 1 to entry: The criteria may be published in regulations, technical guidance documents, permits, work plans or enforcement orders.

3.1.6**precision**

closeness of agreement between independent test results obtained under stipulated conditions

3.1.7**reference material**

material, sufficiently homogeneous and stable with reference to specified properties, which has been established to be fit for its intended use in measurement or in examination of nominal properties

3.1.8**repeatability**

precision under repeatability conditions

[SOURCE: ISO 5725-1:1994, definition 3.13] [4]

3.1.9**reproducibility**

precision under reproducibility conditions

[SOURCE: ISO 5725-1:1994, definition 3.17]

3.1.10**screening**

analytical procedure to determine the presence or absence of substances in the representative part or section of a product, relative to the value or values chosen as the criterion for presence, absence or further testing

Note 1 to entry: If the screening method produces values that are not conclusive, then additional analysis or other follow-up actions may be necessary to make a final presence/absence decision.

3.2 Abbreviations

AAS	Atomic Absorption Spectrometry
C-IC	Combustion – Ion chromatography
CV-AAS	Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry
CV-AFS	Cold Vapour Atomic Fluorescence Spectroscopy
EPA	Environmental Protection Agency
FRU	Field replaceable unit
GC-MS	Gas chromatography – mass spectrometry
GLP	Good laboratory practice
HPLC-UV	High-performance liquid chromatography – ultraviolet
IC	Ion Chromatography
IAMS	Ion attached mass spectrometry
ICP-MS	Inductively coupled plasma mass spectrometry
ICP-OES	Inductively coupled plasma optical emission spectrometry
IS	Internal standard
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
LOD	Limit of detection
LOQ	Limit of quantification
MDL	Method detection limit
PBB	Polybrominated biphenyl
PBDE	Polybrominated diphenyl ether
PBMS	Performance-based measurement system
PWB	Printed wiring board
QC	Quality control
UV-VIS	Ultraviolet–visible Spectroscopy
XRF	X-ray fluorescence

4 Test methods – Overview

4.1 Field of application

The contents of the test methods to determine the levels of certain substances are grouped in two important steps:

- a) analytical test methods;
- b) laboratory implementation.

Analytical test methods were developed and validated to ensure their suitability to the task. The structure of each of the test methods are generally aligned in accordance with ISO 78-2 where applicable, i.e.:

- Foreword
- Introduction
- Title
- Warnings
- Scope
- Normative references
- Definitions

- Principle
- Reactions
- Reagents and materials
- Apparatus
- Sampling
- Procedure
- Calculation
- Precision
- Quality assurance and control protocols
- Special cases
- Test report
- Annexes
- Bibliography

Laboratory implementation is not covered in this standard, as laboratories are able to implement test methods described using test methods and standards addressed in other sources. The implementation step includes suitable quality assurance measures and a validation protocol that documents the performance of the analytical method using the instruments in the laboratory. Quality assurance systems such as good laboratory practice (GLP) and/or accreditation to similar international or national systems (e.g. ISO 17025) are strongly encouraged.

4.2 Sample

This standard refers to the sample as the object to be processed and measured according to the test methods to determine the levels of certain substances. A sample can either be a polymer, a metal or electronics.

The entity carrying out the test methods shall define the sample and how to produce it with respect to applicable normative documents.

NOTE The entity can either be the organization commissioning the work or the organization carrying out the work. In practice, the requestor and the analyst will agree on the sample to be taken.

The entity may decide to prepare a sample from homogenous material. For this kind of sample, the test methods applicable to metals or polymers are especially suitable.

The entity may also decide to prepare a sample from an electronic component, an electronic assembly or a FRU. For this kind of sample, the test methods applicable to electronics are especially suitable.

4.3 Test methods – Flow chart

Figure 1 gives a flow chart of the test methods to determine the levels of certain substances in electrotechnical products.

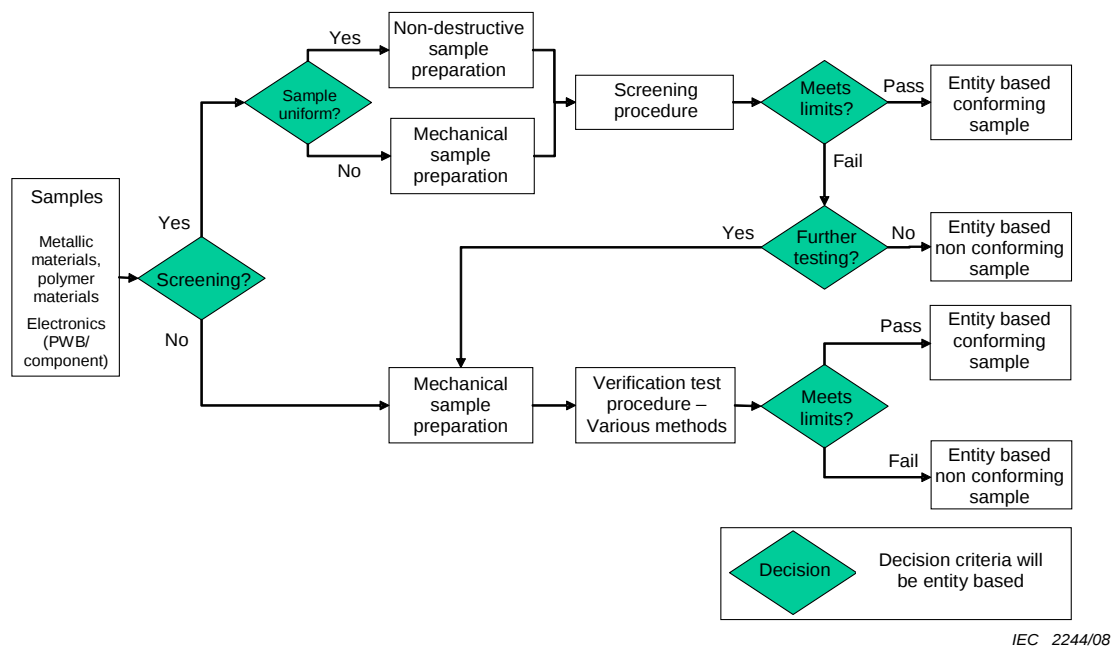


Figure 1 – Flow chart of the test methods

After obtaining the sample, a decision is taken as to whether the screening procedure or the verification procedure using a variety of test methods will be used.

The use of the term “screening” for the evaluation of certain substances (e.g. lead, cadmium, hexavalent chromium, etc.) in electrical and electronic equipment is widely used in reference to analytical testing methods. Screening methods provide the analyst a convenient approach to evaluate for the presence or quantity of certain substance(s) in samples. Screening may employ qualitative or semi-quantitative methods. In some cases, a quantitative method may be used for screening purposes if the actual targeted substance(s) are difficult to analyse directly (e.g. hexavalent Cr).

Depending on the screening results however, additional analysis methods may need to be employed to definitively verify the presence or quantity of certain substances. These definitive analysis methods are referred to as verification methods.

While X-ray fluorescence spectrometry (XRF) is the tool most commonly associated with the screening approach, it is not limited to this analytical measurement technique. Users of this family of standards will understand that multiple measurement techniques can be employed for the purpose of “screening”.

Screening for hexavalent chromium (Cr VI) for example, can be accomplished by a total chromium measurement using a non-destructive XRF analysis method. Similarly, total chromium analysis could be performed by a destructive analysis using an inductively coupled plasma measurement method. Either measurement can be effectively employed to evaluate for the presence or quantity of hexavalent chromium since the concentration of the hexavalent species can be no greater than the total chromium concentration value.

Likewise, a total bromine measurement using a non-destructive XRF analysis method or C-IC method can be used in the same fashion. Either measurement can be effectively employed to evaluate for the presence or quantity (PBBs) or (PBDEs) in a sample when relating the total bromine content to the composition of these compounds.

In both examples however, the detection of elevated total element levels requires additional verification method analysis (e.g. UV-VIS or GC-MS techniques) to confirm the potential presence or quantity of hexavalent chromium (Cr +IV) or PBB/PBDE compound species.

It can therefore be seen that the prudent analyst can effectively employ different screening procedures to achieve the same result.

The screening procedure may be carried out either by directly measuring the sample (non-destructive sample preparation) or by destroying the sample to make it uniform (mechanical sample preparation). This decision shall be made by judging the uniformity of the sample. A screening of representative samples of many uniform materials (such as polymers, alloys, glass) may be carried out non-destructively, while for other more complex samples (such as a FRU), mechanical sample preparation may be an appropriate solution. Mechanical sample preparation is the same for both the screening and the verification test procedure.

Verification test procedures are often employed to confirm the presence or quantity of certain substances of concern after a screening procedure has been performed (e.g. to determine if the source of “screened” bromine is from a bromine compound of concern). Alternatively, verification test procedures can be performed independent of a screening procedure.

Verification procedures are typically performed after mechanical and chemical sample preparation using a variety of test methods tailored to the substances of concern and the sample, which can be a polymer, a metal or electronics.

Tables 1 and 2 give an overview of typical screening/verification test methods, which are described in detail in the individual substance test method parts of this standard.

Table 1 – Overview of typical screening and verification testing procedure elements – Preparation

Procedure	Sample preparation	Polymers	Metals	Electronics (PWBs/components)
Sample Preparation	Non destructive	No preparation	No preparation	No preparation
	Mechanical sample preparation	Grinding or milling	Grinding or milling	Grinding or milling
	Chemical sample preparation	• Aqueous/alkaline extraction • Acid digestion • Dry ashing • Organic solvent extraction • Combustion/ extraction • Thermal gold-amalgamation	Acid digestion	• Aqueous/alkaline extraction • Acid digestion • Organic solvent/ extraction • Combustion/extract ion

Table 2 – Overview of typical screening and verification testing procedure elements – Substance type

Procedure	Substance type	Polymers	Metals	Electronics (PWBs/components)
Analytical measurement	Organic compounds (e.g. PBDEs)	- GC-MS - IAMS - HPLC-UV	NA	- GC-MS - IAMS - HPLC-UV
	Elemental bromine	- XRF - IC	NA	- XRF - IC
	Ionic species (e.g. Cr +VI)	Colorimetry/UV-VIS	Colorimetry/UV-VIS	Colorimetry
	Elemental (metals) analysis (e.g. Pb, Cd)	XRF, AAS, CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS		

After the verification procedure has been carried out, it shall be decided whether the sample meets the limits based on the entity's criteria for certain substances.

4.4 Quality assurance and control

Where applicable, the quality assurance and control clauses of the individual test method standards shall include control sample requirements regarding testing frequency and acceptance criteria. These clauses shall also include method specific quality control concerns regarding the determination of limits of detection (LOD) and limits of quantification (LOQ). Where applicable, the LOD and LOQ section shall be consistent with the descriptions in 4.7. Examples of other method-specific quality control concerns include requirements regarding method blanks, calibration check standards, spike or surrogate samples, internal standard responses and the like.

4.5 Blank solution

Where applicable, the precision clause of the individual test method standards shall include repeatability and reproducibility statements (see Annex B of ISO 78-2:1999) supported by statistical data derived from interlaboratory study or the equivalent.

4.6 Adjustment to the matrix

Test methods for certain substances that are present at relatively low levels amongst other chemical elements or compounds at relatively high concentrations, or those that represent the major constituent of the sample, are very often material or matrix dependent. Therefore, the test methods shall be adjusted to the materials to be tested, either by introducing the appropriate blanks and matrix-adjusted calibration samples, or by a preparation step that separates the analyte from the adherent materials or the main matrix. The main material types (or matrices) in electronic equipment are polymers (mostly technical polymers containing additives and sometimes having coated surfaces), metals or alloys (they may also be coated) and electronics. Matrix adjustment may be difficult for electronic products.

4.7 Limits of detection (LOD) and limits of quantification (LOQ)

In its simplest form, a limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) is typically described as the lowest amount or concentration of analyte in a test sample that can be reliably differentiated from zero for a given measurement system.

Instrument detection limits represent an instrument's ability to differentiate low concentrations of analytes from "zero" in a blank or standard solution, and are commonly used by manufacturers to demonstrate the measurement capability of a system (e.g. atomic absorption

spectrometer). Whilst instrument detection limits are useful, they are often considerably lower than a limit of detection representing a complete analytical measurement process.

Complete analytical method detection limits are most appropriately determined experimentally by performing replicate, independent measurements on low-level or fortified sample matrices (e.g. plastic) carried out through the entire test procedure, including sample digestion or extraction. A minimum of six replicates and analyte concentrations of 3 to 5 times the estimated method detection limit have been suggested as suitable for this analysis. The complete method detection limit for an entire test procedure is determined by multiplying the standard deviation of the replicates by an appropriate factor. IUPAC recommends a factor of 3 for a minimum of six replicates, whilst EPA utilizes a one-sided confidence interval with the multiplier equal to Student's t value chosen for the number of replicates and the level of confidence (e.g. $t = 3,36$ for six replicates for 99 % confidence).

NOTE An illustrative calculation example is given in Annex A.

The limit of quantification (LOQ) or estimated quantitation limit for a given measurement system is typically described as the lowest concentration that can be reliably determined within specified or acceptable limits of precision during routine laboratory operating conditions. The acceptable precision limit is often defined as 10 % relative standard deviation or simply expressed as a fixed multiple (2 to 10) of the method detection limit.

4.8 Test report

The work carried out by the testing laboratory shall be covered by a report that accurately, clearly and unambiguously presents the test results and other relevant information. Each test report shall include at least the following information:

- a) name, address and location of any laboratory involved in the analysis and name of the operator;
- b) date of receipt of sample and date(s) of performance of test(s);
- c) unique identification of report (such as a serial number) and of each page and total number of pages of the report;
- d) description and identification of the sample, including a description of any product disassembly performed to acquire the test sample;
- e) a reference to this standard, the method used or performance-based equivalent (including digestion method(s) and equipment);
- f) the limit of detection (LOD) or limit of quantification (LOQ);
- g) the results of the test expressed as milligram/kilogram (mg/kg) in samples tested;
- h) any details not specified in this standard which are optional, and any other factors that may have affected the results. Any deviation, by agreement or otherwise, from the test procedure specified here.

The results of all quality control (QC) tests (e.g. results from method blanks, matrix spikes, etc.) and a list of reference materials used and their origin shall be available upon request.

Corrections or additions to a test report after issue shall be made only in a further document suitably marked, e.g. "Amendment/Addendum to test report serial number XXX" (or as otherwise identified), and shall meet the relevant requirements of 4.2 to 4.6).

4.9 Alternative test methods

Alternative test methods, digestion methods or analytical techniques may be utilized once the performance effectiveness has been validated according to PBMS criteria, referenced in the quality control clauses of the test methods. Any deviation from the described test methods shall be evaluated and documented in the test report.

Annex A (informative)

Limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) – Example of calculation

A sample containing an amount (~9,5 mg/kg) of cadmium approximately 3 to 5 times the estimated method detection limit (~2 mg/kg) underwent nine (9) separate digestions and quantitative measurements. The results are shown in Table A.1.

Table A.1 – Experimental results

Replicate (digestion) number	Measured cadmium content mg/kg
1	9,49
2	10,20
3	9,79
4	9,44
5	9,42
6	9,80
7	9,94
8	8,89
9	10,20

The limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) was determined using the appropriate student's *t*-value (*t*-statistic) and formula shown in Table A.2 and Formula (A.1).

Table A.2 – Students *t*-values (*t*-statistic)

No. of samples	<i>t</i> -statistic (<i>n</i> -1, $\alpha = 0,99$)
3	6,96
4	4,54
5	3,75
6	3,36
7	3,14
8	3,00
9	2,90
10	2,82

$$\text{LOD or MDL} = t\text{-statistic} \times \text{standard deviation } (s_{n-1}) \quad (\text{A.1})$$

The limit of quantification (LOQ) or estimated quantitation limit is expressed as a fixed multiple (5) of the limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) as shown in Table A.3.

Table A.3 – Calculation results

Mean	9,69 mg/kg
<i>t</i> -Statistic ($n-1$, $\alpha = 0,99$)	2,90
Standard deviation (s_{n-1})	0,42 mg/kg
LOD or MDL	1,22 mg/kg
LOQ @ 5x MDL	6,09 mg/kg

Based on the results of the calculations, it is appropriate to quote the estimated LOD as 1,2 mg/kg and the estimated LOQ as 6.0 mg/kg.

Bibliography

- [1] IEC/TR 62476:2010, *Guidance for evaluation of products with respect to substance-use restrictions in electrical and electronic products*
- [2] IEC Guide 114:2005, *Environmentally conscious design – Integrating environmental aspects into design and development of electrotechnical products* (withdrawn)
- [3] ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

Additional non-cited references

ISO 5725 (all parts), *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results*

IEC 60730-1:2010, *Automatic electrical controls for household and similar use – Part 1: General requirements*

IEC/TS 62239:2008, *Process management for avionics – Preparation of an electronic components management plan*

ISO 6206, *Chemical products for industrial use – Sampling – Vocabulary*

ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

ISO/IEC Guide 99, *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)*

ISO Guide 30, *Terms and definitions used in connection with reference materials*

ISO Guide 32, *Calibration in analytical chemistry and use of certified reference materials*

BECKER, D., *Use of NIST Standard Reference Materials for Decisions on Performance of Analytical Chemical Methods and Laboratories*, National Institute of Standards and Technology (NIST) Special Publication 829, 1992

International Union of Pure and Applied Chemistry, *Harmonized Guidelines for Single Laboratory Validation of Methods of Analysis* (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., 2002, vol. 74, no. 5, p. 835–855

International Union of Pure and Applied Chemistry, *Nomenclature in Evaluation of Analytical Methods Including Detection and Quantification Limits*, Pure Appl. Chem., 1995, vol. 67, no. 10, p.1699-1723,

United States Environmental Protection Agency (EPA), EPA SW-846, Chapter 1, *Quality Control*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	19
INTRODUCTION.....	21
1 Domaine d'application	22
2 Références normatives	22
3 Termes, définitions et abréviations	22
3.1 Termes et définitions	22
3.2 Abréviations	24
4 Méthodes d'essai – Présentation	25
4.1 Domaine d'application	25
4.2 Échantillon	26
4.3 Méthodes d'essai – Logigramme	26
4.4 Assurance qualité et contrôle de la qualité	29
4.5 Solution témoin	30
4.6 Adaptation à la matrice.....	30
4.7 Limites de détection (LOD) et limites de quantification (LOQ)	30
4.8 Rapport d'essai	31
4.9 Autres méthodes d'essai	31
Annexe A (informative) Limite de détection (LOD) ou limite de détection de la méthode (MDL) – Exemple de calcul	32
Bibliographie.....	34
Figure 1 – Logigramme des méthodes d'essai.....	27
Tableau 1 – Présentation des éléments d'une procédure type d'essai de détection et de vérification – Préparation	29
Tableau 2 – Présentation des éléments d'une procédure type d'essai de détection et de vérification – Type de substance	29
Tableau A.1 – Résultats expérimentaux	32
Tableau A.2 – Valeurs t de Student (statistique t)	32
Tableau A.3 – Résultats de calcul	33

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**DETERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES
DANS LES PRODUITS ELECTROTECHNIQUES –****Partie 1: Introduction et présentation****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 62321-1 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, la préparation mécanique d'échantillon, ainsi que différents articles sur des méthodes d'essai.

Cette première édition de la CEI 62321-1 remplace en partie la CEI 62321:2008, faisant une révision structurelle et remplaçant, en général, les Articles 1 à 4.

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

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

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
111/295/FDIS	111/306/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, regroupées sous le titre général: *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechnique*, 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.

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

INTRODUCTION

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

L'utilisation de certaines substances (comme le plomb (Pb), le cadmium (Cd) et les diphényléthers polybromés (PBDE) dans les produits électrotechniques est une source de préoccupation dans la législation régionale en vigueur et en cours d'élaboration.

L'objet de la série CEI 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, sources de préoccupation, dans les produits électrotechniques.

La première édition de la CEI 62321:2008 était une norme "autonome" unique qui incluait une introduction, une vue d'ensemble des méthodes d'essai, la préparation mécanique des échantillons et différents articles relatifs à des méthodes d'essai.

La structure de la nouvelle série CEI 62321 à plusieurs parties comporte:

- Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 1: Introduction et présentation.
- Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 2: Démontage, désassemblage et préparation mécanique de l'échantillon.

Les parties restantes spécifient et les méthodes d'essais de détection et de vérification pour la détermination de certaines substances, chaque partie étant consacrée à une substance donnée.

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.

DETERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ELECTROTECHNIQUES –

Partie 1: Introduction et présentation

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 62321 fait référence à l'échantillon comme étant l'objet à traiter et à mesurer. L'entité qui réalise les essais définit la nature de l'échantillon et la manière de l'obtenir, et non la présente norme.

Il est à noter que la sélection de l'échantillon peut affecter l'interprétation des résultats des essais.

Bien que cette norme donne des directives concernant le mode opératoire de démontage utilisé pour obtenir un échantillon, elle ne détermine ou ne spécifie pas:

- le niveau de la procédure de démontage nécessaire pour obtenir un échantillon;
- la définition d'une «unité» ou d'une «matière homogène» comme échantillon;
- les procédures d'évaluation de la conformité.

NOTE Des lignes directrices complémentaires peuvent être trouvées dans la CEI/TR 62476 [2].

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).

ISO 78-2:1999, *Chimie – Plans de normes – Partie 2: méthodes d'analyse chimique*

ISO/CEI 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

3 Termes, définitions et abréviations

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1.1

analyte

substance à mesurer

3.1.2

produit électronique

matériau utilisé dans des matériels électriques ou électroniques qui n'est pas un métal ou un plastique (par exemple, une céramique) ou de composition non uniforme dans son ensemble et qui ne peut pas être démonté dans la pratique en matériaux discrets individuels

EXEMPLES Résistances, condensateurs, diodes, circuits intégrés, hybrides, circuits intégrés spécifiques à une application, composants enroulés, relais et leurs matériaux

3.1.3**unité remplaçable sur site**

pièce, composant ou sous-ensemble facilement amovible (à séparation mécanique) à l'aide d'outils ordinaires

Note 1 à l'article: «Facilement amovible» correspond à l'utilisation d'outils ordinaires pour effectuer les fonctions de vissage ou de déconnexion et uniquement sans destruction irréversible de l'entité.

[SOURCE: Guide CEI 114:2005, définition 3.7] [3]

3.1.4**matrice**

substance ou mélange et sa forme ou son état dans lequel l'analyte est intégré ou auquel l'analyte est fixé

3.1.5**système de mesure fondé sur les performances**

ensemble de processus qui spécifient les besoins en données, les exigences ou limites de programmes ou projets et qui servent de critères pour sélectionner les méthodes appropriées permettant de répondre à ces besoins de manière économique

Note 1 à l'article: Les critères peuvent être publiés dans des réglementations, des documents d'instructions techniques, des autorisations, des plans de travail ou des ordonnances d'exécution.

3.1.6**justesse**

étroitesse de l'accord entre des résultats d'essai indépendants obtenus dans des conditions stipulées

3.1.7**matériau de référence**

matériau, suffisamment homogène et stable en référence à des propriétés spécifiées, dont on a déterminé qu'il était adapté à l'utilisation qui en est prévue dans la mesure où l'examen des propriétés nominales

3.1.8**répétabilité**

justesse dans des conditions de répétabilité

[SOURCE: ISO 5725-1:1994, définition 3.13] [4]

3.1.9**reproductibilité**

justesse dans des conditions de reproductibilité

[SOURCE: ISO 5725-1:1994, 3.17]

3.1.10**détection**

procédure analytique utilisée pour déterminer la présence ou l'absence de substances dans la partie ou section représentative d'un produit, eu égard à la (aux) valeur(s) choisie(s) comme critère(s) de présence, d'absence ou d'essais supplémentaires

Note 1 à l'article: Si les valeurs obtenues par la méthode de détection ne sont pas concluantes, une analyse supplémentaire ou d'autres mesures de suivi peuvent être nécessaires pour prendre la décision finale quant à la présence/absence de la substance ou du composé.

3.2 Abréviations

Abr.	Français	Anglais
AAS	Spectrométrie d'absorption atomique	Atomic absorption spectrometry
C-IC	Combustion – Chromatographie d'ionisation	Combustion – Ion chromatography
CV-AAS	Spectrométrie d'absorption atomique en phase vapeur froide	Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry
CV-AFS	Spectrométrie de fluorescence atomique en phase vapeur froide	Cold Vapour Atomic Fluorescence Spectroscopy
EPA	Agence de protection de l'environnement	Environmental Protection Agency
FRU	Unité remplaçable sur site	Field replaceable unit
GC-MS	Chromatographie en phase gazeuse – Spectrométrie de masse	Gas chromatography–mass spectrometry
GLP	Bonnes pratiques de laboratoire	Good laboratory practice
HPLC-UV	Chromatographie liquide à haute performance à rayonnement ultraviolet	High-performance liquid chromatography – ultraviolet
IC	Chromatographie d'ionisation	Ion Chromatography
IAMS	Spectrométrie de masse à ions attachés	Ion attached mass spectrometry
ICP-MS	Spectrométrie de masse couplée à un plasma induit	Inductively coupled plasma mass spectrometry
ICP-OES	Spectrométrie d'émission optique couplée à un plasma induit	Inductively coupled plasma optical emission spectrometry
IS	Étalon interne	Internal standard
IUPAC	Union internationale de la Chimie Pure et Appliquée	International Union of Pure and Applied Chemistry
LOD	Limite de détection	Limit of detection
LOQ	Limite de quantification	Limit of quantification
MDL	Limite de détection de la méthode	Method detection limit
PBB	Diphényle polybromé	Polybrominated biphenyl
PBDE	Diphényl'éther polybromé	Polybrominated diphenyl ether
PBMS	Système de mesure basé sur les performances	Performance-based measurement system

Abr.	Français	Anglais
PWB	Carte de circuit imprimé	Printed wiring board
QC	Contrôle de la qualité	Quality control
UV-VIS	Spectroscopie ultraviolet visible	Ultraviolet–visible Spectroscopy
XRF	Fluorescence X	X-ray fluorescence

4 Méthodes d'essai – Présentation

4.1 Domaine d'application

Les contenus des méthodes d'essai permettant de déterminer les niveaux de certaines substances sont regroupés en deux modules importants:

- a) les méthodes d'essai analytiques;
- b) la mise en œuvre en laboratoire.

Des méthodes d'essai analytiques ont été développées et validées de manière à s'assurer qu'elles conviennent à leur objectif. La structure de chaque méthode d'essai est généralement alignée sur celle de l'ISO 78-2 lorsque cela est applicable, à savoir:

- Avant-propos
- Introduction
- Titre
- Avertissements
- Domaine d'application
- Références normatives
- Définitions
- Principe
- Réactions
- Réactifs et matériaux
- Appareils
- Echantillonnage
- Procédure
- Calcul
- Justesse
- Assurance qualité et contrôle de la qualité
- Cas particuliers
- Rapport d'essai
- Annexes
- Bibliographie

La mise en œuvre en laboratoire n'est pas traitée dans la présente norme car les laboratoires sont capables d'appliquer des méthodes d'essai décrites en recourant à d'autres méthodes et normes émanant d'autres sources. L'étape de la mise en œuvre comporte des mesures d'assurance qualité et un protocole de validation qui documente les performances de la méthode analytique qui utilise des instruments en laboratoire. L'emploi de systèmes

d'assurance qualité tels que les bonnes pratiques de laboratoire (GLP) et/ou une accréditation fondée sur des systèmes internationaux ou nationaux similaires (par exemple l'ISO 17025) est fortement encouragé.

4.2 Échantillon

La présente norme se réfère à l'échantillon comme étant l'objet à traiter et à mesurer conformément aux méthodes d'essai afin de déterminer les niveaux de certaines substances. Il peut s'agir d'un polymère, d'un métal ou d'un composant électronique.

L'entité qui exécute les méthodes d'essai doit définir la nature de l'échantillon et la manière de l'obtenir, en se fondant sur les documents normatifs applicables.

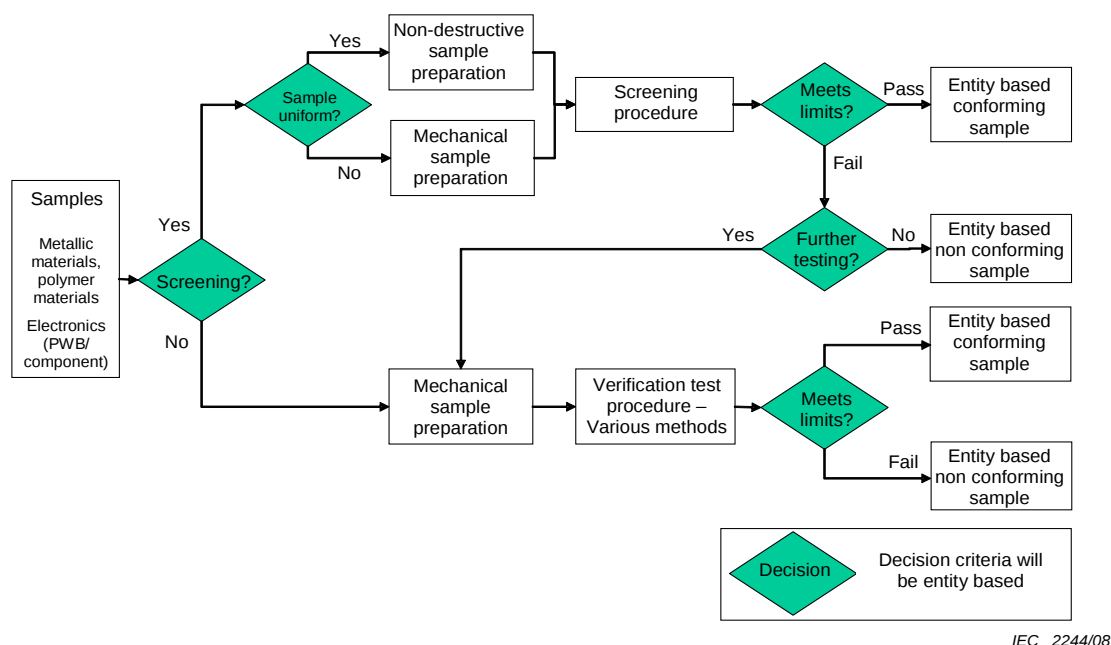
NOTE L'entité peut être aussi bien l'organisation qui commande le travail que celle chargée de le réaliser. Dans la pratique, le demandeur et l'analyste conviendront de l'échantillon à prélever.

L'entité peut décider de préparer un échantillon de matériau homogène. Les méthodes d'essai applicables aux métaux ou aux polymères conviennent particulièrement bien à ce type d'échantillon.

L'entité peut également décider de préparer un échantillon constitué d'un composant électronique, d'un ensemble électronique ou d'une FRU. Les méthodes d'essai applicables aux produits électroniques conviennent particulièrement bien à ce type d'échantillon.

4.3 Méthodes d'essai – Logigramme

La Figure 1 représente un logigramme des méthodes d'essai permettant de déterminer les niveaux de certaines substances dans des produits électrotechniques.



IEC 2244/08

Légende

Anglais	Français
Samples	Échantillons
Metallic materials,	Matériaux métalliques,
Polymer materials	Matériaux polymères
Electronics (PWB/component)	Dispositifs électroniques (PWB/composants)
Screening?	Détection?

Anglais	Français
Yes	Oui
No	Non
Sample uniform?	Échantillon uniforme?
Yes	Oui
No	Non
Non-destructive sample preparation	Préparation non destructive d'échantillon
Mechanical sample preparation	Préparation mécanique d'échantillon
Screening procedure	Procédure de détection
Meet limits?	Satisfait aux limites?
Pass	Accepté
Fail	Rejeté
Entity based conforming sample	Échantillon conforme basé sur l'entité
Further testing?	Autre essai?
Yes	Oui
No	Non
Entity based non conforming sample	Échantillon non conforme basé sur l'entité
Mechanical sample preparation	Préparation mécanique de l'échantillon
Verification test procedure – Various methods	Procédure d'essai de vérification – Méthodes diverses
Meet limits?	Satisfait aux limites?
Pass	Accepté
Fail	Rejeté
Entity based conforming sample	Échantillon conforme basé sur l'entité
Entity based non conforming sample	Échantillon non conforme basé sur l'entité
Decision	Décision
Decision criteria will be entity based	Critère de décision basé sur l'entité

Figure 1 – Logigramme des méthodes d'essai

Après avoir obtenu l'échantillon, une décision est prise quant à la procédure d'essai qui sera utilisée: procédure de détection ou procédure d'essai de vérification qui emploie diverses méthodes d'essai.

Le terme "détection" pour l'évaluation de certaines substances (par exemple, le plomb, le cadmium, le chrome hexavalent, etc.) dans les matériels électriques et électroniques est largement utilisé en référence aux méthodes d'essai analytiques. Les méthodes de détection fournissent à l'analyste une approche commode pour évaluer la présence ou la quantité de certaines substances dans des échantillons. La détection peut utiliser des méthodes qualitatives ou semi-quantitatives. Dans certains cas, on peut utiliser une méthode quantitative pour les besoins de la détection, si la ou les substances ciblées sont difficiles à analyser directement (par exemple, le Cr hexavalent).

Toutefois, selon les résultats de la détection, il peut être nécessaire d'utiliser des méthodes d'analyse supplémentaires pour vérifier définitivement la présence ou la quantité de certaines substances. Ces méthodes d'analyse définitive sont appelées méthodes de vérification.

Bien que la spectroscopie par fluorescence X (XRF) soit l'outil le plus couramment associé à l'approche de détection, elle n'est pas limitée à cette technique de mesure analytique. Les utilisateurs de cette famille de normes comprendront qu'un grand nombre de techniques de mesure peuvent être utilisées pour les besoins de la "détection".

La détection pour le chrome hexavalent (Cr VI) par exemple, peut être réalisée par une mesure du chrome total en utilisant une méthode d'analyse par XRF non destructive. De façon similaire, l'analyse du chrome total peut être effectuée par une analyse destructive en utilisant une méthode de mesure par plasma induit. L'une ou l'autre de ces mesures peut être utilisée efficacement pour évaluer la présence ou la quantité de chrome hexavalent, car la concentration en espèces hexavalentes ne peut pas être supérieure à la valeur de la concentration en chrome total.

De même, une mesure du brome total utilisant une méthode d'analyse par XRF non destructive ou une méthode C-IC peut être utilisée de la même façon. L'une ou l'autre de ces mesures peut être utilisée efficacement pour évaluer la présence ou la quantité de PBB ou de PBDE dans un échantillon lors de l'association de la teneur en brome total avec la composition de ces composés.

Toutefois, dans les deux exemples, la détection de niveaux totaux importants nécessite une analyse supplémentaire avec la méthode de vérification (par exemple, des techniques UV-VIS ou CG-MS) pour confirmer la présence potentielle ou la quantité de chrome hexavalent (Cr+IV) ou d'espèces composites PBB/PBDE.

On peut donc voir que l'analyse prudente peut utiliser efficacement différentes procédures de détection pour obtenir le même résultat.

La procédure de détection peut prendre la forme d'une mesure directe de l'échantillon (préparation non destructive de l'échantillon) ou d'une destruction de l'échantillon pour le rendre uniforme (préparation mécanique de l'échantillon). Cette décision doit être prise après estimation de l'uniformité de l'échantillon. La détection des échantillons représentatifs de nombreux matériaux uniformes (tels que les polymères, les alliages, le verre) peut être réalisée de manière non destructive alors qu'une préparation mécanique peut être une solution appropriée pour d'autres échantillons plus complexes (tels qu'une FRU). La préparation mécanique de l'échantillon est la même pour la procédure d'essai de détection et pour la procédure d'essai de vérification.

On utilise souvent des procédures d'essai de vérification pour confirmer la présence ou la quantité de certaines substances problématiques après avoir exécuté une procédure de détection (pour déterminer par exemple si la source de brome détecté provient d'un composé de brome problématique). En variante, des procédures d'essai de vérification peuvent être exécutées, indépendamment d'une procédure de détection.

Les procédures d'essai de vérification sont généralement appliquées après préparation mécanique et chimique de l'échantillon à l'aide de diverses méthodes d'essai adaptées aux substances problématiques et à l'échantillon, qui peut être un polymère, un métal ou un produit électronique.

Les Tableaux 1 et 2 présentent des méthodes types d'essai de détection/vérification qui sont décrites en détail dans les parties relatives à la méthode d'essai d'une substance individuelle de la présente norme.

**Tableau 1 – Présentation des éléments d'une procédure
type d'essai de détection et de vérification – Préparation**

Procédure	Préparation de l'échantillon	Polymères	Métaux	Produits électroniques (PWB/composants)
Préparation des échantillons	Non destructive	Aucune préparation	Aucune préparation	Aucune préparation
	Préparation mécanique de l'échantillon	Broyage ou coupe	Broyage ou coupe	Broyage ou coupe
	Préparation chimique de l'échantillon	- Extraction aqueuse/alcaline - Digestion par des acides - Incinération par voie sèche - Extraction des solvants organiques - Combustion/extraction - Amalgame d'or thermique	Digestion par des acides	- Extraction aqueuse/alcaline - Digestion par des acides - Extraction des solvants organiques - Combustion/extraction

**Tableau 2 – Présentation des éléments d'une procédure
type d'essai de détection et de vérification – Type de substance**

Procédure	Type de substance	Polymères	Métaux	Produits électroniques (PWB/composants)
Mesure analytique	Composés organiques (par exemple PBDE)	- GC-MS - IAMS - HPLC-UV	NA	- GC-MS - IAMS - HPLC-UV
	Brome élémentaire	- XRF - CI	NA	- XRF - CI
	Espèces ioniques (par exemple Cr+IV)	Colorimétrie/UV-VIS	Colorimétrie/UV-VIS	Colorimétrie
	Analyse élémentaire (métaux) (par exemple Pb, Cd)	XRF, AAS, CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES et ICP-MS		

A l'issue de la procédure d'essai de vérification, il doit être décidé si l'échantillon satisfait aux limites en fonction des critères fixés par l'entité pour certaines substances.

4.4 Assurance qualité et contrôle de la qualité

Le cas échéant, les articles sur l'assurance et le contrôle qualité des normes individuelles à propos des méthodes d'essai doivent inclure les exigences relatives à l'échantillon de contrôle en termes de fréquence d'essai et de critères d'acceptation. Ces articles doivent également mentionner les préoccupations spécifiques à la méthode qui ont trait au contrôle qualité en ce qui concerne la détermination des limites de détection (LOD) et des limites de quantification (LOQ). Le cas échéant, la section de LOD et LOQ doit être cohérente avec les descriptions du 4.7. Des exemples d'autres problèmes de contrôle de la qualité spécifiques à la méthode comportent les exigences concernant les témoins, les normes de contrôle d'étalonnage, les échantillons dopés ou succédanés, les réponses des normes internes et analogues.

4.5 Solution témoin

Le cas échéant, l'article concernant la justesse des normes des méthodes d'essai individuel doit inclure les indications de répétabilité et de reproductibilité (voir Annexe B de l'ISO 78-2:1999) prises en charge par les données statistiques déterminées d'après une étude interlaboratoires ou équivalent.

4.6 Adaptation à la matrice

Les méthodes d'essai applicables à certaines substances présentes à des niveaux relativement faibles parmi d'autres éléments ou composés chimiques présents à des concentrations relativement élevées, ou ceux représentant le constituant principal de l'échantillon, dépendent très souvent du matériau ou de la matrice. Par conséquent, les méthodes d'essai doivent être adaptées aux matériaux à soumettre à l'essai, soit en introduisant les témoins appropriés et des échantillons d'étalonnage adaptés à la matrice, soit en réalisant une préparation qui sépare l'analyte des matériaux qui y adhèrent ou de la matrice principale. Les types principaux de matériaux (ou matrices) d'un équipement électronique sont des polymères (pour la plupart des polymères techniques contenant des additifs et dont les surfaces sont parfois recouvertes d'un revêtement), des métaux ou des alliages (qui peuvent également être recouverts d'un revêtement) et des produits électroniques. L'adaptation à la matrice peut être difficile pour les produits électroniques.

4.7 Limites de détection (LOD) et limites de quantification (LOQ)

Sous sa forme la plus simple, une limite de détection (LOD) ou une limite de détection de la méthode (MDL) est en général décrite comme la quantité ou la concentration la plus faible d'analyte dans un échantillon pour essai qui peut être différenciée de zéro de manière fiable pour un système de mesure donné.

Les limites de détection d'un instrument représentent l'aptitude de cet instrument à différencier les faibles concentrations d'analytes par rapport au "zéro" dans une solution témoin ou solution étalon, et sont en général utilisées par les fabricants pour démontrer la capacité de mesure d'un système (par exemple celle d'un spectromètre d'absorption atomique). Même si les limites de détection des instruments sont utiles, elles sont souvent bien plus basses qu'une limite de détection représentant un processus complet de mesure analytique.

Les limites de détection d'une méthode d'analyse complète sont de préférence déterminées expérimentalement en répétant les mesures indépendantes sur des matrices d'échantillons à faible teneur ou enrichies (par exemple du plastique) effectuées sur l'ensemble de la procédure d'essai, y compris la digestion ou l'extraction de l'échantillon. Pour cette analyse, il a été suggéré d'utiliser au minimum six répétitions et concentrations d'analyte de 3 à 5 fois la limite estimée de détection de la méthode. La limite de détection de la méthode complète pour l'ensemble d'une procédure d'essai est déterminée en multipliant l'écart type des répétitions d'essais par un facteur approprié. L'UPAC recommande un facteur de 3 pour un minimum de six répétitions, alors que l'EPA utilise un intervalle de confiance unique dont le multiplicateur est égal à la valeur t de Student choisie pour le nombre de répétitions et le niveau de confiance (par exemple $t = 3,36$ pour six répétitions pour 99 % de confiance).

NOTE Un exemple de calcul explicatif est donné à l'Annexe A.

La limite de quantification (LOQ) ou la limite de quantification estimée pour un système de mesure donné est en général décrite comme la concentration la plus faible qui peut être déterminée de manière fiable dans des limites de justesse spécifiées ou acceptables dans des conditions de fonctionnement normales de laboratoire. La limite de justesse acceptable est souvent définie à 10 % de l'écart-type relatif ou simplement exprimée comme un multiple fixe (2 à 10) de la limite de détection de la méthode.

4.8 Rapport d'essai

Le travail effectué par le laboratoire d'essai doit faire l'objet d'un rapport présentant de manière précise, claire et non ambiguë, les résultats des essais et les autres informations afférentes. Chaque rapport d'essai doit inclure, au moins, les informations suivantes:

- a) le nom, l'adresse et le lieu d'implantation de tout laboratoire participant à l'analyse et le nom de l'opérateur;
- b) la date de réception de l'échantillon et la (les) date(s) d'exécution de l'essai ou des essais;
- c) l'identification unique du rapport (un numéro de série, par exemple) et de chaque page, ainsi que le nombre total de pages du rapport;
- d) la description et l'identification de l'échantillon, y compris la description de tout démontage de produit pour obtenir l'échantillon pour essai;
- e) une référence à la présente norme, la méthode utilisée ou un équivalent basé sur les performances (y compris méthode(s) de digestion et équipements);
- f) la limite de détection (LOD) ou la limite de quantification (LOQ);
- g) les résultats de l'essai exprimés en milligrammes/kilogrammes (mg/kg) dans les échantillons soumis à l'essai;
- h) tout détail optionnel non précisé dans la présente norme et tout autre facteur pouvant avoir affecté les résultats. Toute dérogation, après accord ou autre, à la procédure d'essai spécifiée dans le présent document.

Les résultats de tous les essais de contrôle de qualité (QC) (par exemple résultats des témoins, éléments dopés de matrice, etc.) ainsi que la liste des matériaux de référence utilisés et leur origine doivent être fournis sur demande.

Les corrections ou les additifs au rapport d'essai après sa publication ne doivent être effectué(e)s que dans un autre document repéré en conséquence, par exemple «Amendement/Additif au numéro de série XXX du rapport d'essai» (ou autre système d'identification), et doivent satisfaire aux exigences applicables de 4.2 à 4.6.

4.9 Autres méthodes d'essai

D'autres méthodes d'essai, méthodes de digestion ou techniques d'analyse peuvent être utilisées à condition que leur efficacité en termes de performances ait été validée conformément aux critères du PBMS et référencés dans les articles de contrôle de la qualité des méthodes d'essai. Toute divergence par rapport aux méthodes d'essai décrites doit être évaluée et documentée dans le rapport d'essai.

Annexe A (informative)

Limite de détection (LOD) ou limite de détection de la méthode (MDL) – Exemple de calcul

Un échantillon contenant une certaine quantité (~9.5 mg/kg) de cadmium approximativement 3 à 5 fois la limite de détection de la méthode estimée (~2 mg/kg) a fait l'objet de neuf (9) digestions et mesures quantitatives séparées. Les résultats sont présentés dans le Tableau A.1.

Tableau A.1 – Résultats expérimentaux

Nombre de répétitions (digestion)	Teneur en cadmium mesurée mg/kg
1	9,49
2	10,20
3	9,79
4	9,44
5	9,42
6	9,80
7	9,94
8	8,89
9	10,20

La limite de détection (LOD) ou la limite de détection de la méthode (MDL) a été déterminée en utilisant la valeur t de Student appropriée (statistique t) et la formule présentée dans le Tableau A.2 et la Formule (A.1).

Tableau A.2 – Valeurs t de Student (statistique t)

Nombre d'échantillons	Statistique- t ($n-1$, $\alpha = 0,99$)
3	6,96
4	4,54
5	3,75
6	3,36
7	3,14
8	3,00
9	2,90
10	2,82

$$\text{LOD or MDL} = \text{statistique-}t \times \text{écart type } (s_{n-1}) \quad (\text{A.1})$$

La limite de quantification (LOQ) ou la limite de quantification estimée s'exprime sous la forme d'un multiple fixe (5) de la limite de détection (LOD) ou de la limite de détection de la méthode (MDL) comme présenté dans le Tableau A.3.

Tableau A.3 – Résultats de calcul

Moyenne	9,69 mg/kg
Statistique- t ($n-1$, $\alpha = 0,99$)	2,90
Ecart type (s_{n-1})	0,42 mg/kg
LOD ou MDL	1,22 mg/kg
LOQ @ 5x MDL	6,09 mg/kg

Partant des résultats des calculs, il est approprié d'évaluer la LOD estimée à 1,2 mg/kg et la LOQ estimée à 6,0 mg/kg.

Bibliographie

- [1] IEC/TR 62476:2010, *Guidance for evaluation of product with respect to substance-use restrictions in electrical and electronic products* (disponible en anglais uniquement)
- [2] CEI Guide 114:2005, *Eco-conception – Intégration des aspects environnementaux dans la conception et le développement des produits électrotechniques* (retirée)
- [3] ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 1: Principes généraux et définitions*

Références supplémentaires non citées

ISO 5725 (toutes les parties), *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure*

CEI 60730-1:2010, *Dispositifs de commande électrique automatiques à usage domestique et analogue – Partie 1: Exigences générales*

CEI /TS 62239:2008 *Gestion des processus pour l'avionique – Préparation d'un plan de gestion des composants électroniques* (en anglais uniquement)

ISO 6206, *Produits chimiques à usage industriel – Échantillonnage. Vocabulaire*

Guide ISO/CEI 98-3, *Incertitude de mesure – Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

Guide ISO/CEI 99, *Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*

Guide ISO 30, *Termes et définitions utilisés en rapport avec les matériaux de référence*

ISO Guide 32, *Étalonnage en chimie analytique et utilisation de matériaux de référence certifiés*

BECKER, D., *Use of NIST Standard Reference Materials for Decisions on Performance of Analytical Chemical Methods and Laboratories*, National Institute of Standards and Technology (NIST) Special Publication 829, 1992

International Union of Pure and Applied Chemistry, *Harmonized Guidelines for Single Laboratory Validation of Methods of Analysis (IUPAC Technical Report)*, Pure Appl. Chem., 2002, vol. 74, no. 5, p. 835–855

International Union of Pure and Applied Chemistry, *Nomenclature in Evaluation of Analytical Methods Including Detection and Quantification Limits*, Pure Appl. Chem., 1995, vol. 67, no. 10, p.1699-1723,

United States Environmental Protection Agency (EPA), EPA SW-846, Chapter 1, *Quality Control*

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch