

Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích - Část 5: Kadmium, olovo a chrom v polymerech a elektronice a kadmium a olovo v kovech metodami AAS, AFS, ICP-OES a ICP-MS

ČSN
EN 62321-5
36 9080

idt IEC 62321-5:2013

Determination of certain substances in electrotechnical products –
Part 5: Cadmium, lead and chromium in polymers and electronics and cadmium and lead in metals by
AAS, AFS, ICP-OES and ICP-MS

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques –
Partie 5: Du cadmium, du plomb et du chrome dans les polymères et les produits électroniques, du
cadmium et du plomb dans les métaux par AAS, AFS, ICP-OES et ICP-MS

Verfahren zur Bestimmung von bestimmten Substanzen in Produkten der Elektrotechnik –
Teil 5: Cadmium, Blei und Chrom in Polymeren und Elektronik und Cadmium und Blei in Metallen mit
AAS, AFS, ICP-OES und ICP-MS

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 62321-5:2014. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 62321-5:2014. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

S účinností od 2016-11-15 se nahrazují kapitoly 8 až 10 a rovněž přílohy F, G a H ČSN EN 62321 (36 9080) z prosince 2009, které do uvedeného data platí souběžně s touto normou.

Národní předmluva

Upozornění na používání této normy

Souběžně s touto normou je v souladu s předmluvou k EN 62321-5:2014 dovoleno do 2016-11-15 používat kapitoly 8 až 10 a přílohy F, G a H dosud platné ČSN EN 62321 (36 9080) z prosince 2009.

Změny proti předchozí normě

První vydání IEC 62321 byla jedna norma, obsahující úvod, přehled, mechanickou přípravu vzorků a postupy různých zkušebních metod. Druhé vydání IEC 62321 je souborem samostatných norem. Struktura souboru norem v druhém vydání zahrnuje Úvod a Přehled (Část 1), následuje Demontáž,

oddělení a mechanická úprava vzorku (Část 2). Další části normy specifikují metody zkoušení a jejich ověřování pro stanovení některých látek. Soubor norem je průběžně doplňován dalšími dokumenty v souladu s vývojem analytických postupů.

Informace o citovaných dokumentech

IEC 62321-1 zavedena v ČSN EN 62321-1 (36 9080) Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích – Část 1: Úvod a přehled

IEC 62321-2 zavedena v ČSN EN 62321-2 (36 9080) Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích – Část 2: Demontáž, oddělení a mechanická příprava vzorku

IEC 62321-3-1 zavedena v ČSN EN 62321-3-1 (36 9080) Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích – Část 3-1: Předběžné testování – olovo, rtuť, kadmium, celkový chrom a celkový brom metodou rentgenové fluorescenční spektrometrie

ISO 3696 zavedena v ČSN ISO 3696 (68 4051) Jakost vody pro analytické účely – Specifikace a zkušební metody

ISO 5961 zavedena v ČSN EN ISO 5961 (75 7418) Jakost vod – Stanovení kadmia atomovou absorpční spektrometrií

Vysvětlivky k textu této normy

V případě nedatovaných odkazů na evropské/mezinárodní normy jsou ČSN uvedené v článku „Informace o citovaných dokumentech“ nejnovějšími vydáními, platnými v době schválení této normy. Při používání této normy je třeba vždy použít taková vydání ČSN, která přejímají nejnovější vydání nedatovaných evropských/mezinárodních norem (včetně všech změn).

Informativní údaje z IEC 62321-5:2013

Mezinárodní normu IEC 62321-5 vypracovala technická komise IEC/TC 111 *Environmentální normalizace pro elektrické a elektronické produkty a systémy*.

První vydání IEC 62321:2008 byla jedna norma, obsahující úvod, přehled zkušebních metod, mechanickou přípravu vzorku, a rovněž kapitoly k různým zkušebním metodám.

Toto první vydání IEC 62321-5 částečně nahrazuje IEC 62321:2008, provádí revizi struktury a zcela nahrazuje kapitoly 8 až 10 a rovněž přílohy F, G a H.

Další dokumenty v souboru IEC 62321 budou postupně nahrazovat odpovídající kapitoly IEC 62321:2008. Avšak dokud nebudou publikovány všechny tyto dokumenty, zůstane norma IEC 62321:2008 v platnosti ve všech kapitolách, které ještě nebyly publikovány jako samostatné dokumenty.

Text této normy se zakládá na těchto dokumentech:

FDIS
111/297/FDIS

Zpráva o hlasování
111/307/RVD

Úplnou informaci o hlasování při schvalování této normy lze najít ve zprávě o hlasování ve výše uvedené tabulce.

Tato publikace byla vypracována v souladu se směrnicemi ISO/IEC, část 2.

Seznam všech částí souboru IEC 62321 se společným názvem *Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích* je možno nalézt na webových stránkách IEC.

Komise rozhodla, že obsah této publikace se nebude měnit až do výsledného data aktualizace uvedeného na webových stránkách IEC (<http://webstore.iec.ch>) v údajích o této publikaci. K tomuto datu bude publikace buď

- znovu potvrzena;
- zrušena;
- nahrazena revidovaným vydáním, nebo
- změněna.

Vypracování normy

Zpracovatel: RNDr. Anna Christianová, IČ 11226609

Technická normalizační komise: TNK 87 Audiovizuální technika a ekodesign

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Libor Válek

EVROPSKÁ NORMA EN 62321-5
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Duben 2014

ICS 13.020; 43.040.10 Nahrazuje EN 62321:2009 (částečně)

Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích -
Část 5: Kadmium, olovo a chrom v polymerech a elektronice a kadmium a olovo v kovech metodami
AAS, AFS, ICP-OES a ICP-MS
(IEC 62321-5:2013)

Determination of certain substances in electrotechnical products –
Part 5: Cadmium, lead and chromium in polymers and electronics and cadmium
and lead in metals by AAS, AFS, ICP-OES and ICP-MS
(IEC 62321-5:2013)

Détermination de certaines substances dans
les produits électrotechniques –
Partie 5: Du cadmium, du plomb et du chrome
dans les polymères et les produits électroniques,
du cadmium et du plomb dans les métaux par AAS, AFS, ICP-OES et
ICP-MS
(CEI 62321-5:2013)

Verfahren zur Bestimmung von bestimmten
Substanzen in Produkten der Elektrotechnik –
Teil 5: Cadmium, Blei und Chrom in Polymeren
und Elektronik und Cadmium und Blei in Metallen
mit AAS, AFS, ICP-OES und ICP-MS
(IEC 62321-5:2013)

Tato evropská norma byla schválena CENELEC dne 2013-11-15. Členové CENELEC jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací uděluje status národní normy.

Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídícím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv člena CENELEC.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CENELEC do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CENELEC jsou národní elektrotechnické komitety Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.

CENELEC

Evropský výbor pro normalizaci v elektrotechnice

European Committee for Electrotechnical Standardization

Comité Européen de Normalisation Electrotechnique

Europäisches Komitee für Elektrotechnische Normung

Řídicí centrum CEN-CENELEC: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2014 CENELEC Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmikoli prostředky jsou celosvětově vyhrazena členům CENELEC.
Ref. č. EN 62321-5:2014 E

Předmluva

Text dokumentu 111/297/FDIS, budoucího prvního vydání IEC 62321-5, vypracovaný technickou komisí IEC/TC 111 *Environmentální normalizace pro elektrické a elektronické produkty a systémy*, byl předložen k paralelnímu hlasování IEC-CENELEC a byl schválen CENELEC jako EN 62321-5:2014.

Jsou stanovena tato data:

- | | | |
|---|-------|------------|
| • nejzazší datum zavedení dokumentu na národní úrovni
vydáním identické národní normy nebo vydáním
oznámení o schválení k přímému používání
jako normy národní | (dop) | 2014-10-25 |
| nejzazší datum zrušení národních norem,
které jsou s dokumentem v rozporu | (dow) | 2016-11-15 |

EN 62321-5:2014 částečně nahrazuje EN 62321:2009, formuluje revizi struktury normy, zcela nahrazuje kapitoly 8 až 10 a rovněž přílohy F, G a H.

Další dokumenty v souboru EN 62321 budou postupně nahrazovat odpovídající kapitoly EN 62321:2009. Avšak dokud nebudou publikovány všechny tyto dokumenty, zůstane norma EN 62321:2009 v platnosti ve všech kapitolách, které ještě nebyly publikovány jako samostatné dokumenty

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CENELEC [a/nebo CEN] nelze činit odpovědným za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv.

Oznámení o schválení

Text mezinárodní normy IEC 62321-5:2013 byl schválen CENELEC jako evropská norma bez jakýchkoliv modifikací.

Úvod 9

1 Předmět normy 10

2 Citované dokumenty 10

3 Termíny, definice a zkratky 11

3.1 Termíny a definice 11

3.2 Zkratky 11

4 Činidla 11

4.1 Obecně 11

4.2 Činidla 12

5 Přístroje 14

5.1 Obecně 14

5.2 Přístroje 14

6 Vzorkování 15

6.1 Obecně 15

6.2 Zkoušená dávka 15

6.2.1 Polymery 15

6.2.2 Kovy 15

6.2.3 Elektronika 15

7 Postupy 15

7.1 Polymery 15

7.1.1 Obecně 15

7.1.2 Mineralizace suchou cestou 16

7.1.3 Metoda kyselého vyluhování 17

7.1.4 Mikrovlnné vyluhování 17

7.2 Kovy 18

7.2.1 Obecně 18

7.2.2 Obecné metody vyluhování vzorku 18

7.2.3 Vzorky obsahující Zr, Hf, Ti, Ta, Nb nebo W 19

7.2.4 Vzorky obsahující Sn 19

7.3 Elektronika 19

7.3.1 Obecně 19

7.3.2 Vyluhování lučavkou královskou 19

7.3.3 Mikrovlnné vyluhování 20

7.4 Příprava roztoku slepého činidla 21

8 Kalibrace 21

8.1 Obecně 21

8.2 Příprava kalibračního roztoku 21

8.3 Stanovení kalibrační křivky 21

8.4 Měření vzorku 22

9 Výpočet 22

10 Preciznost 22

11 Řízení kvality 25

Strana

11.1 Obecně 25

11.2 Meze detekce (LOD) a meze kvantifikace (LOQ) 25

Příloha A (informativní) Praktická ukázka stanovení Cd, Pb a Cr v polymerech a elektronice a Cd a Pb v kovech metodami AAS, AFS, IPC-OES a ICP-MS 27

Příloha B (informativní) Výsledky mezinárodní mezilaboratorní studie č. 2 (IIS2) a 4A (IIS 4A) 32

Bibliografie 35

Příloha ZA (normativní) Normativní odkazy na mezinárodní publikace a na jim příslušející evropské publikace 36

Obrázek A.1 – Korekce pozadí 31

Tabulka 1 – Opakovatelnost a reprodukovatelnost 23

Tabulka 2 – Přejímací kritéria položek pro řízení kvality 25

Tabulka 3 – Mez detekce metody = $t' s_{n-1}$ 26

Tabulka A.1 – Spektrální interference pro vlnové délky Cd a Pb 28

Tabulka A.2 – Spektrální interference pro vlnové délky Cr 29

Tabulka A.3 – Příklady poměru hmotnost/náboj (m/z) 30

Tabulka A.4 – Příklady vlnových délek pro AAS 30

Tabulka A.5 – Příklady vlnových délek pro AFS 30

Tabulka A.6 – Program pro mikrovlnné vyluhování vzorku 31

Tabulka B.1 – Statistická data pro AAS 32

Tabulka B.2 – Statistická data pro AFS 32

Tabulka B.3 – Statistická data pro ICP-OES 33

Tabulka B.4 – Statistická data pro ICP-MS 34

Úvod

Rychle narůstající množství používaných elektrotechnických výrobků obrátilo pozornost k jejich dopadům na životní prostředí. V mnoha zemích se tato pozornost promítla do přijetí předpisů ovlivňujících odpady a spotřebu látek a energie těmito výrobky.

Používání určitých látek (např. olova (Pb), kadmia (Cd), a polybromovaných difenyletherů (PBDE) v elektrotechnických výrobcích, je důvodem pro znepokojení v platných i připravovaných národních předpisech.

Účelem IEC 62321 je tedy poskytnout zkušební metody, které umožní elektrotechnickému průmyslu stanovit obsah těchto látek v elektrotechnických výrobcích na společném jednotném základě.

UPOZORNĚNÍ Osoby, které používají tuto mezinárodní normu, by měly být obeznámeny s běžnou laboratorní praxí. Tato norma se nezabývá všemi problémy, souvisejícími s jejím bezpečným užitím, pokud existují. Uživatel má odpovědnost za to, aby stanovil vhodné postupy bezpečné a hygienické praxe a zajistil shodu se všemi podmínkami národních předpisů.

1 Předmět normy

Tato část IEC 62321 popisuje metody zkoušení pro olovo, kadmium a chrom v polymerech, kovech a elektronice metodami AAS, AFS, ICP-OES a ICP-MS.

Tato norma specifikuje stanovení úrovně kadmia (Cd), olova (Pb) a chromu (Cr) v elektrotechnických výrobcích. Zahrnuje tři typy matric: polymery/polymerní díly, kovy a slitiny a elektroniku.

Tato norma se týká vzorků jako předmětů, které mají být zpracovány a měřeny. Proč nebo jak byl vzorek získán, definuje osoba, která provádí zkoušky. Další postup k získání reprezentativních vzorků z hotových elektronických výrobků, které mají být zkoušeny na obsah omezovaných látek, lze najít v IEC 62321-2. Je třeba říci, že výběr a/nebo vymezení vzorků může ovlivnit interpretaci výsledků zkoušek.

Tato norma popisuje použití čtyř metod, jmenovitě AAS (atomová absorpční spektrometrie), AFS

(atomová fluorescenční spektrometrie), ICP-OES (optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plasmatem) a ICP-MS (hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plasmatem) a rovněž samostatné postupy pro přípravu roztoku vzorku, z nichž mohou specialisté vybrat nejvhodnější analytický postup.

Jelikož je v současné době obtížné stanovit analýzu šestimocného chromu v polymerech a elektronice, zavádí tato norma metodu předběžného testování/screeningu chromu v polymerech a elektronice s výjimkou AFS. Při analýze Cr můžeme získat informace o existenci šestimocného chromu v materiálu. Avšak analýza prvku nemůže detekovat selektivně šestimocný chrom, stanoví množství chromu ve všech oxidačních stupních ve vzorcích. Jestliže množství chromu překročí mez pro šestimocný chrom, musí být provedena zkouška na šestimocný chrom.

Postupy zkoušení popsané v této normě jsou určeny k zajištění nejvyšší úroveň přesnosti a preciznosti pro koncentrace Pb, Cd a Cr, které začínají v případě ICP-OES a AAS pro Pb, Cd a Cr od 10 mg/kg, v případě ICP-MS pro Pb, Cd a Cr od 0,1 mg/kg, v případě AFS od 10 mg/kg pro Pb a 1,5 mg/kg pro Cd. Postupy nejsou omezeny pro vyšší koncentrace.

Tuto normu není možné použít na materiály, které obsahují polyfluorované polymery, s ohledem na jejich stabilitu. Jestliže se při analytickém postupu použije kyselina sírová, existuje nebezpečí ztráty Pb, tudíž výsledná nižší hodnota pro tento analyt je chybná. Kromě toho kyselina sírová a kyselina chlorovodíková nejsou vhodné pro stanovení Cd pomocí AFS, protože ruší redukci Cd.

Při rozpouštění vzorku se mohou objevit omezení a rizika, např. může dojít k precipitaci cílových nebo jiných prvků: v takovém případě musí být residua zkontrolována samostatně nebo musí být rozpuštěna jiným postupem a pak spojena s roztokem zkušebního vzorku.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.