



INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

HORIZONTAL STANDARD

NORME HORIZONTALE

**Determination of certain substances in electrotechnical products –
Part 8: Phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry
(GC-MS), gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyzer/thermal
desorption accessory (Py/TD-GC-MS)**

**Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques –
Partie 8: Analyse des phtalates dans les polymères par chromatographie en
phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS), chromatographie en phase
gazeuse-spectrométrie de masse par pyrolyse/thermodésorption (Py/TD-GC-MS)**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 31.020; 71.040.50

ISBN 978-2-8322-4144-8

**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..... | 6 |
| INTRODUCTION..... | 8 |
| 1 Scope..... | 9 |
| 2 Normative references | 9 |
| 3 Terms, definitions and abbreviated terms | 10 |
| 3.1 Terms and definitions..... | 10 |
| 3.2 Abbreviated terms..... | 10 |
| 4 Principle | 11 |
| 5 Reagents and materials | 11 |
| 5.1 GC-MS method | 11 |
| 5.2 Py/TD-GC-MS method | 12 |
| 6 Apparatus..... | 12 |
| 6.1 GC-MS method | 12 |
| 6.2 Py/TD-GC-MS method | 13 |
| 7 Sampling | 14 |
| 7.1 General..... | 14 |
| 7.2 GC-MS method | 14 |
| 7.3 Py/TD-GC-MS method | 14 |
| 8 Procedure..... | 14 |
| 8.1 General instructions for the analysis | 14 |
| 8.1.1 Overview | 14 |
| 8.1.2 GC-MS method..... | 14 |
| 8.1.3 Py/TD-GC-MS method | 14 |
| 8.2 Sample preparation..... | 15 |
| 8.2.1 GC-MS method..... | 15 |
| 8.2.2 Py/TD-GC-MS method | 16 |
| 8.3 Instrumental parameters | 16 |
| 8.3.1 GC-MS method..... | 16 |
| 8.3.2 Py/TD-GC-MS method | 18 |
| 8.4 Calibrants | 18 |
| 8.5 Calibration | 19 |
| 8.5.1 GC-MS method..... | 19 |
| 8.5.2 Py/TD-GC-MS method | 20 |
| 9 Calculation of phthalate concentration | 21 |
| 9.1 GC-MS method | 21 |
| 9.2 Py/TD-GC-MS method | 22 |
| 10 Precision | 23 |
| 10.1 GC-MS method | 23 |
| 10.1.1 Threshold judgement | 23 |
| 10.1.2 Repeatability and reproducibility | 24 |
| 10.2 Py/TD-GC-MS method | 25 |
| 10.2.1 Screening judgement..... | 25 |
| 10.2.2 Repeatability and reproducibility | 26 |
| 11 Quality assurance and control | 27 |
| 11.1 General..... | 27 |

| | | |
|---|--|----|
| 11.2 | GC-MS method | 27 |
| 11.2.1 | Performance | 27 |
| 11.2.2 | Limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) and limit of quantification (LOQ) | 28 |
| 11.3 | Py/TD-GC-MS method | 29 |
| 11.3.1 | Sensitivity | 29 |
| 11.3.2 | Blank test | 29 |
| 11.3.3 | Limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) and limit of quantification (LOQ) | 29 |
| 12 | Test report..... | 30 |
| Annex A (informative) Determination of phthalates in polymers by ion attachment mass spectrometry (IAMS)..... | | 31 |
| A.1 | Principle | 31 |
| A.2 | Reagents and materials | 31 |
| A.3 | Apparatus | 31 |
| A.4 | Sampling..... | 32 |
| A.5 | Procedure | 32 |
| A.5.1 | General instructions for the analysis | 32 |
| A.5.2 | Sample preparation | 32 |
| A.5.3 | Instrumental parameters | 33 |
| A.5.4 | Calibrants | 34 |
| A.5.5 | Calibration | 34 |
| A.6 | Calculation of phthalates concentration..... | 35 |
| A.7 | Quality assurance and control..... | 35 |
| A.7.1 | General | 35 |
| A.7.2 | Sensitivity..... | 35 |
| A.7.3 | Recovery | 35 |
| A.7.4 | Blank test | 36 |
| A.7.5 | Limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) and limit of quantification (LOQ) | 37 |
| A.8 | Test report | 37 |
| Annex B (informative) Determination of phthalates in polymers by liquid chromatography-mass spectrometry(LC-MS) | | 38 |
| B.1 | Principle | 38 |
| B.2 | Reagents and materials | 38 |
| B.3 | Apparatus | 38 |
| B.4 | Sampling..... | 39 |
| B.5 | Procedure | 39 |
| B.5.1 | General instructions for the analysis | 39 |
| B.5.2 | Sample preparation | 39 |
| B.5.3 | Instrumental parameters | 40 |
| B.5.4 | Calibrants | 42 |
| B.5.5 | Calibration | 42 |
| B.6 | Calculation of phthalates concentration..... | 43 |
| B.7 | Quality assurance and control..... | 44 |
| B.7.1 | General | 44 |
| B.7.2 | Performance | 44 |
| B.7.3 | Limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) and limit of quantification (LOQ) | 44 |
| B.8 | Test report | 45 |

| | |
|--|----|
| Annex C (informative) Examples of chromatograms at suggested conditions | 46 |
| C.1 GC-MS method | 46 |
| C.2 Py/TD-GC-MS method | 47 |
| C.3 LC-MS method | 47 |
| C.4 IAMS method | 48 |
| Annex D (informative) Verification of the EGA thermal desorption zone | 51 |
| Annex E (informative) Example of IAMS and Py/TD-GC-MS instruments | 52 |
| Annex F (informative) Example of false positive detection of phthalates | 54 |
| Annex G (informative) Examples of sample preparation for quantitative analysis of phthalates by GC-MS | 55 |
| G.1 General | 55 |
| G.2 Soxhlet extraction of phthalates using proper organic solvents | 55 |
| Annex H (informative) Extraction of phthalates by dissolution in THF using sonication and precipitation of polymer matrix | 58 |
| Annex I (informative) Commercially available reference materials considered suitable for GC-MS and Py/TD-GC-MS | 60 |
| I.1 GC-MS | 60 |
| I.2 Py/TD-GC-MS | 60 |
| Annex J (informative) Commercially available capillary columns considered suitable for GC-MS and Py-GC-MS | 62 |
| Annex K (informative) Labware cleaning procedure for phthalate testing | 63 |
| K.1 With the use of a furnace (non-volumetric glassware only) | 63 |
| K.2 Without the use of a furnace (glassware and plastic-ware) | 63 |
| K.3 Estimation of cleanness of the inner areas of volumetric glassware | 64 |
| Annex L (informative) Results of international inter-laboratory study 5 | 65 |
| Annex M (informative) Sample analysis sequence | 70 |
| M.1 GC-MS | 70 |
| Annex N (informative) Flow chart | 71 |
| Bibliography | 72 |
| | |
| Figure C.1 – Total ion current chromatogram of each phthalate (10 µg/ml, 1 µl, splitless) | 46 |
| Figure C.2 – Extracted ion chromatogram of DINP (10 µg/ml, 1 µl, splitless) | 46 |
| Figure C.3 – Extracted ion chromatogram of DIDP (10 µg/ml, 1 µl, splitless) | 47 |
| Figure C.4 – Total ion current chromatogram of 100 µg/ml of phthalate mixture by Py/TD-GC-MS | 47 |
| Figure C.5 – Total ion current chromatogram of 5 µg/ml of phthalate mixture by LC-MS | 48 |
| Figure C.6 – Mass spectrum of each phthalate by IAMS | 49 |
| Figure C.7 – Total ion current chromatogram of each absolute amount (0,08 µg) of phthalate mixture by IAMS | 50 |
| Figure C.8 – Total ion current chromatogram of approximately 0,3 mg of PVC which contains 300 mg/kg of each phthalate mixture by IAMS (Absolute amount: 0,09 µg) | 50 |
| Figure D.1 – Example of EGA thermogram of a PVC sample containing phthalates | 51 |
| Figure E.1 – Example of IAMS instrument | 52 |
| Figure E.2 – Example of Py/TD-GC-MS instrument | 53 |
| Figure F.1 – Typical laboratory wares made of plastic materials that may cause phthalate contamination | 54 |

| | |
|---|----|
| Figure F.2 – Example of a chromatogram of a blank solvent (THF) in a plastic bottle showing DEHP contamination..... | 54 |
| Figure G.1 – Recovery ratios of Di-(2-ethylhexyl) phthalate using Soxhlet extraction with different organic solvents..... | 57 |
| Figure G.2 – Comparison of recovery ratios of phthalates using different extracting conditions..... | 57 |
| Figure I.1 – Sample preparation of reference materials..... | 61 |
| Figure N.1 – Flow chart for screening step and quantitative step..... | 71 |
| | |
| Table 1 – Measurement condition of GC-MS..... | 17 |
| Table 2 – Reference masses for the quantification of each phthalate..... | 17 |
| Table 3 – Measurement condition of Py/TD-GC-MS..... | 18 |
| Table 4 – Calibration standard solution of phthalates..... | 19 |
| Table 5 – IIS5 Threshold judgement..... | 23 |
| Table 6 – IIS5 Repeatability and reproducibility..... | 24 |
| Table 7 – IIS5 screening and threshold judgement..... | 25 |
| Table 8 – IIS5 Repeatability and reproducibility..... | 26 |
| Table A.1 – Measurement condition of IAMS..... | 34 |
| Table A.2 – Certified value of constituent phthalates in KRIS CRM 113-03-006..... | 36 |
| Table B.1 – Measurement condition of LC-MS..... | 42 |
| Table B.2 – Standard stock solution concentrations..... | 43 |
| Table G.1 – Recovery ratios of phthalates according to different Soxhlet extraction times (extracting solvent: n-hexane)..... | 56 |
| Table H.1 – Comparison of the efficiency of the sample preparation method of dissolution in THF using sonication and precipitation of polymeric matrix with that of Soxhlet extraction for soluble sample..... | 58 |
| Table H.2 – Comparison of the efficiency of the sample preparation method of dissolution in THF using sonication and precipitation of polymeric matrix with that of Soxhlet extraction for insoluble samples..... | 59 |
| Table I.1 – Example list of commercially available reference solutions considered suitable for GC-MS..... | 60 |
| Table I.2 – Example list of commercially available reference materials considered suitable for Py/TD-GC-MS..... | 61 |
| Table J.1 – Example list of commercially available capillary columns considered suitable for GC-MS and Py-GC-MS analysis..... | 62 |
| Table L.1 – Statistical data for Py/TD-GC-MS..... | 65 |
| Table L.2 – Statistical data for GC-MS..... | 67 |
| Table L.3 – Statistical data for IAMS..... | 68 |
| Table L.4 – Statistical Data For LC-MS..... | 69 |
| Table M.1 – Sample analysis sequence for GC-MS analysis..... | 70 |
| Table M.2 – Sample analysis sequence for Py/TD-GC-MS analysis..... | 70 |

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 8: Phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyzer/thermal desorption accessory (Py/TD-GC-MS)

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 62321-8 has been prepared by IEC technical committee 111: Environmental standardization for electrical and electronic products and systems.

It has the status of a horizontal standard in accordance with IEC Guide 108.

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

| CDV | Report on voting |
|-------------|------------------|
| 111/416/CDV | 111/430/RVC |

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

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

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

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website 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), polybrominated diphenyl ethers (PBDEs) and specific phthalates) in electrotechnical products is a source of concern in current and proposed regional legislation.

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

This first edition of IEC 62321-8 introduces a new part in the IEC 62321 series.

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

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 8: Phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyzer/thermal desorption accessory (Py/TD-GC-MS)

1 Scope

This part of IEC 62321 specifies two normative and two informative techniques for the determination of di-isobutyl phthalate (DIBP), di-n-butyl phthalate (DBP), benzylbutyl phthalate (BBP), di-(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP), di-n-octyl phthalate (DNOP), di-isononyl phthalate (DINP) and di-iso-decyl phthalate (DIDP) in polymers of electrotechnical products.

Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and gas chromatography-mass spectrometry (Py/TD-GC-MS) techniques are described in the normative part of this document.

The GC-MS method is considered the referee technique for the quantitative determination of DIBP, DBP, BBP, DEHP, DNOP, DINP and DIDP in the range of 50 mg/kg to 2 000 mg/kg.

The GC-MS coupled with a pyrolyzer/thermal desorption (TD) accessory is suitable for screening and semi-quantitative analysis of DIBP, DBP, BBP, DEHP, DNOP, DINP, and DIDP in polymers that are used as parts of the electrotechnical products in the range of 100 mg/kg to 2 000 mg/kg.

The IAMS technique is suitable for screening and semi-quantitative analysis of DIBP, DBP, BBP, DEHP, DNOP, DINP, and DIDP. Determination of DBP and DIBP, DEHP and DNOP by IAMS has not been established due to peak and mass spectral resolution limitations.

The LC-MS technique is limited to the determination of BBP, DEHP, DNOP, DINP, and DIDP. Determination of DBP and DIBP by LC-MS has not been established due to peak and mass spectral resolution limitations.

A flow chart depicting how the normative Py/TD-GC-MS and GC-MS methods and informative methods using ion attachment mass spectrometry (IAMS) coupled with direct injection probe (DIP) and liquid chromatography-mass spectrometry (LC-MS) can be used are provided in annexes of this document.

These four test methods have been evaluated by the test of PE (polyethylene) and PVC (polyvinyl chloride) materials containing individual phthalates between ~450 mg/kg to 30 000 mg/kg as depicted in the normative and informative parts of this document. The use of the four methods described in this document for other polymer types, phthalate compounds or concentration ranges other than those specified above has not been specifically evaluated.

2 Normative references

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

IEC 62321-1:2013, *Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 1: Introduction and overview*

SOMMAIRE

| | |
|--|-----|
| AVANT-PROPOS | 79 |
| INTRODUCTION | 81 |
| 1 Domaine d'application | 82 |
| 2 Références normatives | 83 |
| 3 Termes, définitions et abréviations | 83 |
| 3.1 Termes et définitions | 83 |
| 3.2 Abréviations | 83 |
| 4 Principe | 84 |
| 5 Réactifs et matériaux | 85 |
| 5.1 Méthode GC-MS | 85 |
| 5.2 Méthode Py/TD-GC-MS | 85 |
| 6 Appareillage | 85 |
| 6.1 Méthode GC-MS | 85 |
| 6.2 Méthode Py/TD-GC-MS | 86 |
| 7 Échantillonnage | 87 |
| 7.1 Généralités | 87 |
| 7.2 Méthode GC-MS | 87 |
| 7.3 Méthode Py/TD-GC-MS | 87 |
| 8 Procédure | 87 |
| 8.1 Instructions générales pour l'analyse | 87 |
| 8.1.1 Présentation générale | 87 |
| 8.1.2 Méthode GC-MS | 88 |
| 8.1.3 Méthode Py/TD-GC-MS | 88 |
| 8.2 Préparation des échantillons | 88 |
| 8.2.1 Méthode GC-MS | 88 |
| 8.2.2 Méthode Py/TD-GC-MS | 89 |
| 8.3 Paramètres instrumentaux | 90 |
| 8.3.1 Méthode GC-MS | 90 |
| 8.3.2 Méthode Py/TD-GC-MS | 91 |
| 8.4 Étalons | 92 |
| 8.5 Étalonnage | 93 |
| 8.5.1 Méthode GC-MS | 93 |
| 8.5.2 Méthode Py/TD-GC-MS | 94 |
| 9 Calcul de la concentration de phtalates | 95 |
| 9.1 Méthode GC-MS | 95 |
| 9.2 Méthode Py/TD-GC-MS | 96 |
| 10 Justesse | 97 |
| 10.1 Méthode GC-MS | 97 |
| 10.1.1 Estimation du seuil | 97 |
| 10.1.2 Répétabilité et reproductibilité | 97 |
| 10.2 Méthode Py/TD-GC-MS | 98 |
| 10.2.1 Estimation de la détection | 98 |
| 10.2.2 Répétabilité et reproductibilité | 100 |
| 11 Assurance qualité et contrôle de la qualité | 101 |
| 11.1 Généralités | 101 |

| | | |
|--|---|-----|
| 11.2 | Méthode GC-MS | 101 |
| 11.2.1 | Performances | 101 |
| 11.2.2 | Limite de détection (LOD) ou limite de détection de la méthode (MDL) et limite de quantification (LOQ) | 102 |
| 11.3 | Méthode Py/TD-GC-MS | 103 |
| 11.3.1 | Sensibilité..... | 103 |
| 11.3.2 | Essai témoin..... | 103 |
| 11.3.3 | Limite de détection (LOD) ou limite de détection de la méthode (MDL) et limite de quantification (LOQ) | 103 |
| 12 | Rapport d'essai | 104 |
| Annexe A (informative) Détermination des phtalates dans les polymères par spectrométrie de masse à ions attachés (IAMS)..... | | 105 |
| A.1 | Principe | 105 |
| A.2 | Réactifs et matériaux | 105 |
| A.3 | Appareillage..... | 105 |
| A.4 | Échantillonnage | 106 |
| A.5 | Procédure | 106 |
| A.5.1 | Instructions générales pour l'analyse | 106 |
| A.5.2 | Préparation des échantillons..... | 106 |
| A.5.3 | Paramètres instrumentaux | 107 |
| A.5.4 | Étalons | 109 |
| A.5.5 | Étalonnage | 109 |
| A.6 | Calcul de la concentration de phtalates..... | 109 |
| A.7 | Assurance qualité et contrôle de la qualité | 109 |
| A.7.1 | Généralités | 109 |
| A.7.2 | Sensibilité..... | 110 |
| A.7.3 | Taux de récupération | 110 |
| A.7.4 | Essai témoin..... | 111 |
| A.7.5 | Limite de détection (LOD) ou limite de détection de la méthode (MDL) et limite de quantification (LOQ) | 111 |
| A.8 | Rapport d'essai..... | 111 |
| Annexe B (informative) Détermination des phtalates dans les polymères par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse (LC-MS)..... | | 112 |
| B.1 | Principe | 112 |
| B.2 | Réactifs et matériaux | 112 |
| B.3 | Appareillage..... | 112 |
| B.4 | Échantillonnage | 113 |
| B.5 | Procédure | 113 |
| B.5.1 | Instructions générales pour l'analyse | 113 |
| B.5.2 | Préparation des échantillons..... | 113 |
| B.5.3 | Paramètres instrumentaux | 115 |
| B.5.4 | Étalons | 116 |
| B.5.5 | Étalonnage | 116 |
| B.6 | Calcul de la concentration de phtalates..... | 117 |
| B.7 | Assurance qualité et contrôle de la qualité | 118 |
| B.7.1 | Généralités | 118 |
| B.7.2 | Performances | 118 |
| B.7.3 | Limite de détection (LOD) ou limite de détection de la méthode (MDL) et limite de quantification (LOQ) | 118 |
| B.8 | Rapport d'essai..... | 119 |

| | |
|---|-----|
| Annexe C (informative) Exemples de chromatogrammes dans les conditions suggérées..... | 120 |
| C.1 Méthode GC-MS | 120 |
| C.2 Méthode Py/TD-GC-MS | 121 |
| C.3 Méthode LC-MS | 121 |
| C.4 Méthode IAMS | 122 |
| Annexe D (informative) Vérification de la zone de thermodésorption par AGE..... | 125 |
| Annexe E (informative) Exemple d'instruments IAMS et Py/TD-GC-MS | 126 |
| Annexe F (informative) Exemple de fausse détection positive de phtalates | 128 |
| Annexe G (informative) Exemples de préparation d'échantillons pour l'analyse quantitative des phtalates par GC-MS..... | 129 |
| G.1 Généralités | 129 |
| G.2 Extraction Soxhlet des phtalates à l'aide de solvants organiques appropriés..... | 129 |
| Annexe H (informative) Extraction des phtalates par dissolution dans du THF par sonication et précipitation de la matrice polymère | 133 |
| Annexe I (informative) Matériaux de référence du commerce considérés comme appropriés pour l'analyse GC-MS et l'analyse Py/TD-GC-MS | 135 |
| I.1 GC-MS..... | 135 |
| I.2 Py/TD-GC-MS | 135 |
| Annexe J (informative) Colonnes capillaires du commerce considérées comme appropriées pour l'analyse GC-MS et l'analyse Py-GC-MS..... | 137 |
| Annexe K (informative) Procédure de nettoyage du matériel de laboratoire pour les essais concernant les phtalates | 138 |
| K.1 À l'aide d'un four (accessoires en verre non volumétriques uniquement)..... | 138 |
| K.2 Sans l'aide d'un four (accessoires en verre et accessoires en plastique)..... | 138 |
| K.3 Estimation de la propreté des surfaces intérieures de l'accessoire en verre volumétrique | 139 |
| Annexe L (informative) Résultats de l'étude internationale interlaboratoire 5..... | 140 |
| Annexe M (informative) Séquence d'analyse d'échantillon | 145 |
| M.1 GC-MS..... | 145 |
| Annexe N (informative) Organigramme | 146 |
| Bibliographie..... | 147 |
| | |
| Figure C.1 – Chromatogramme du courant ionique total de chaque phtalate (10 µg/ml, 1 µl, sans division)..... | 120 |
| Figure C.2 – Chromatogramme d'ions extraits de DINP (10 µg/ml, 1 µl, sans division)..... | 120 |
| Figure C.3 – Chromatogramme d'ions extraits de DIDP (10 µg/ml, 1 µl, sans division)..... | 121 |
| Figure C.4 – Chromatogrammes du courant ionique total de 100 µg/ml de phtalate et mélange de phtalates par analyse Py/TD-GC-MS..... | 121 |
| Figure C.5 – Chromatogrammes du courant ionique total de 5 µg/ml de phtalate et mélange de phtalates par analyse LC-MS | 122 |
| Figure C.6 – Spectres de masse de chaque phtalate ou mélange de phtalates par IAMS | 123 |
| Figure C.7 – Chromatogrammes du courant ionique total de chaque quantité absolue (0,08 µg) de phtalate ou mélange de phtalates par IAMS | 124 |
| Figure C.8 – Chromatogramme du courant ionique total d'environ 0,3 mg de PVC contenant 300 mg/kg de chaque phtalate ou mélange de phtalates par IAMS (quantité absolue: 0,09 µg)..... | 124 |

| | |
|--|-----|
| Figure D.1 – Exemple de thermogramme d'AGE d'un échantillon de PVC contenant des phtalates | 125 |
| Figure E.1 – Exemple d'instrument IAMS | 126 |
| Figure E.2 – Exemple d'instrument Py/TD-GC-MS | 127 |
| Figure F.1 – Matériels de laboratoire classiques en plastique qui peuvent être à l'origine d'une contamination aux phtalates | 128 |
| Figure F.2 – Exemple de chromatogramme de solvant témoin (THF) dans une bouteille en plastique présentant une contamination au DEHP | 128 |
| Figure G.1 – Taux de récupération de bis (2-éthylhexyle) phtalate à l'aide de l'extraction Soxhlet avec différents solvants organiques | 131 |
| Figure G.2 – Comparaison des taux de récupération des phtalates en utilisant différentes conditions d'extraction | 132 |
| Figure I.1 – Préparation d'échantillon de matériaux de référence | 136 |
| Figure N.1 – Organigramme de l'étape de détection et de l'étape quantitative | 146 |
| | |
| Tableau 1 – Conditions de mesure par GC-MS | 90 |
| Tableau 2 – Masses de référence pour la quantification de chaque phtalate | 91 |
| Tableau 3 – Conditions de mesure par Py/TD-GC-MS | 92 |
| Tableau 4 – Solution étalon des phtalates | 93 |
| Tableau 5 – Estimation du seuil IIS5 | 97 |
| Tableau 6 – Répétabilité et reproductibilité IIS5 | 98 |
| Tableau 7 – Estimation de la détection et du seuil IIS5 | 99 |
| Tableau 8 – Répétabilité et reproductibilité IIS5 | 100 |
| Tableau A.1 – Condition de mesure de l'IAMS | 108 |
| Tableau A.2 – Valeurs certifiées de phtalates inclus dans le KRISS CRM 113-03-006 | 110 |
| Tableau B.1 – Conditions de mesure de LC-MS | 116 |
| Tableau B.2 – Concentrations des solutions étalons mères | 117 |
| Tableau G.1 – Taux de récupération des phtalates en fonction des différents temps d'extraction Soxhlet (solvant d'extraction: n-hexane) | 130 |
| Tableau H.1 – Comparaison de l'efficacité de la méthode de préparation des échantillons par dissolution dans le THF par sonication et précipitation de la matrice polymère avec l'efficacité de la méthode par extraction Soxhlet pour les échantillons solubles | 133 |
| Tableau H.2 – Comparaison de l'efficacité de la méthode de préparation des échantillons par dissolution dans le THF par sonication et précipitation de la matrice polymère avec l'efficacité de la méthode par extraction Soxhlet pour les échantillons non solubles | 134 |
| Tableau I.1 – Exemples de solutions de référence du commerce considérées comme appropriées pour l'analyse GC-MS | 135 |
| Tableau I.2 – Exemples de matériaux de référence du commerce considérés comme appropriés pour l'analyse Py/TD-GC-MS | 136 |
| Tableau J.1 – Exemples de colonnes capillaires du commerce considérées comme appropriées pour l'analyse GC-MS et l'analyse Py-GC-MS | 137 |
| Tableau L.1 – Données statistiques pour l'analyse Py/TD-GC-MS | 140 |
| Tableau L.2 – Données statistiques pour l'analyse GC-MS | 142 |
| Tableau L.3 – Données statistiques pour la méthode IAMS | 143 |
| Tableau L.4 – Données statistiques pour l'analyse LC-MS | 144 |
| Tableau M.1 – Séquence d'analyse d'échantillon pour l'analyse GC-MS | 145 |

Tableau M.2 – Séquence d'analyse d'échantillon pour l'analyse Py/TD-GC-MS..... 145

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 8: Analyse des phtalates dans les polymères par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS), chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse par pyrolyse/thermodésorption (Py/TD-GC-MS)

AVANT-PROPOS

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

La Norme internationale IEC 62321-8 a été établie par le comité d'études 111 de l'IEC: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques.

Elle a le statut d'une norme horizontale conformément au Guide 108 de la CEI.

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

| CDV | Rapport de vote |
|-------------|-----------------|
| 111/416/CDV | 111/430/RVC |

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

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

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

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

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

INTRODUCTION

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

L'utilisation de certaines substances (le plomb (Pb), le cadmium (Cd), les diphényléthers polybromés (PBDE- polybrominated diphenyl ethers) et les phtalates spécifiques, par exemple) 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 IEC 62321 est par conséquent de fournir, à une échelle mondiale et de manière cohérente, des méthodes d'essai qui permettront à l'industrie électrotechnique de déterminer les niveaux de certaines substances, sources de préoccupation, dans les produits électrotechniques.

La première édition de l'IEC 62321-8 introduit une nouvelle partie dans la série IEC 62321.

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

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 8: Analyse des phtalates dans les polymères par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS), chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse par pyrolyse/thermodésorption (Py/TD-GC-MS)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 spécifie deux techniques normatives et deux techniques informatives de détermination de la présence de phtalate de diisobutyle (DIBP – di-isobutyl phthalate), de phtalate de dibutyle (DBP – di-n-butyl phthalate), de phtalate de benzyle et de butyle (BBP – benzylbutyl phthalate), de phtalate de bis(2-éthylhexyle) (DEHP – di-(2-ethylhexyl) phthalate), de phtalate de di-n-octyle (DNOP – di-n-octyl phthalate), de phtalate de di-isononyle (DINP – di-isononyl phthalate) et de phtalate de di-isodécyle (DIDP – di-iso-decyl phthalate) dans les polymères qui sont utilisés dans des produits électrotechniques.

Les techniques de chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS – gas chromatography-mass spectrometry) et de chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse par pyrolyse/thermodésorption (Py/TD-GC-MS – gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyzer/thermal desorption accessory) sont décrites dans la partie normative du présent document.

La méthode GC-MS est considérée comme étant la technique de référence pour la détermination quantitative du DIBP, du DBP, du BBP, du DEHP, du DNOP, du DINP et du DIDP dans la plage comprise entre 50 mg/kg et 2 000 mg/kg.

La méthode GC-MS couplée à un pyrolyseur/accessoire de thermodésorption (TD – thermal desorption) est adaptée à la détection et à l'analyse semi-quantitative du DIBP, du DBP, du BBP, du DEHP, du DNOP, du DINP et du DIDP dans les polymères utilisés dans des produits électrotechniques dans la plage comprise entre 100 mg/kg et 2 000 mg/kg.

La technique IAMS est adaptée à la détection et à l'analyse semi-quantitative du DIBP, du DBP, du BBP, du DEHP, du DNOP, du DINP et du DIDP. La détermination du DBP, du DIBP, du DEHP et du DNOP par la technique IAMS n'a pas été établie en raison des limitations des pics et des limitations de résolution du spectre de masse.

La technique LC-MS est limitée à la détermination du BBP, du DEHP, du DNOP, du DINP et du DIDP. La détermination du DBP et du DIBP par la technique LC-MS n'a pas été établie en raison des limitations des pics et des limitations de résolution du spectre de masse.

Les annexes du présent document contiennent un organigramme qui représente le mode de sélection des méthodes normatives Py/TD-GC-MS et GC-MS, ainsi que des méthodes informatives, la spectrométrie de masse à ions attachés (IAMS – ion attachment mass spectrometry) associée à une sonde d'injection directe (DIP – direct injection probe) et la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse (LC-MS – liquid chromatography-mass spectrometry) en fonction de leur domaine d'application.

Ces quatre méthodes d'essai ont été évaluées par l'essai de matériaux à base de polyéthylène (PE) et de polychlorure de vinyle (PVC) contenant entre environ 450 mg/kg et 30 000 mg/kg de phtalates comme indiqué dans les parties normatives et informatives du présent document. L'utilisation des quatre méthodes décrites dans le présent document pour

d'autres types de polymères, de composés de la famille des phtalates ou pour des plages de concentration autres que celles spécifiées ci-dessus n'a pas été évaluée spécifiquement.

2 Références normatives

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

IEC 62321-1:2013, *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 1: Introduction et présentation*