



INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

HORIZONTAL PUBLICATION
PUBLICATION HORIZONTALE

**Determination of certain substances in electrotechnical products –
Part 9: Hexabromocyclododecane in polymers by gas chromatography-mass
spectrometry (GC-MS)**

**Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques –
Partie 9: Hexabromocyclododécane dans les polymères par chromatographie
en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS)**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 13.020.01; 43.040.10

ISBN 978-2-8322-9960-9

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

CONTENTS

| | |
|---|----|
| FOREWORD..... | 4 |
| INTRODUCTION..... | 6 |
| 1 Scope..... | 7 |
| 2 Normative references | 7 |
| 3 Terms, definitions and abbreviated terms | 7 |
| 3.1 Terms and definitions..... | 7 |
| 3.2 Abbreviated terms..... | 8 |
| 4 Principle..... | 8 |
| 5 Reagents and materials..... | 8 |
| 6 Apparatus..... | 9 |
| 7 Sampling | 9 |
| 8 Procedure..... | 10 |
| 8.1 General instructions for the analysis | 10 |
| 8.2 Sample preparation..... | 10 |
| 8.2.1 Stock solution..... | 10 |
| 8.2.2 Pre-extraction of the Soxhlet extractors | 10 |
| 8.2.3 Soxhlet extraction..... | 10 |
| 8.2.4 Alternative extraction procedure for soluble polymers | 11 |
| 8.2.5 Addition of the internal standard (IS) | 11 |
| 8.3 Instrumental parameters | 11 |
| 8.4 Calibrants | 12 |
| 8.5 Calibration | 12 |
| 8.5.1 General | 12 |
| 8.5.2 Standard solutions..... | 12 |
| 9 Calculation of HBCDD concentration | 13 |
| 9.1 General..... | 13 |
| 9.2 Calculation..... | 13 |
| 10 Precision | 15 |
| 11 Quality assurance and quality control | 16 |
| 11.1 Performance | 16 |
| 11.2 Internal control samples and blanks | 17 |
| 11.3 Method detection limit (MDL) and reporting limit | 17 |
| 12 Test report..... | 18 |
| Annex A (informative) Determination of HBCDD in polymers by high-pressure liquid chromatography-mass spectrometry (HPLC-MS) | 19 |
| A.1 Principle | 19 |
| A.2 Reagents and materials | 19 |
| A.3 Apparatus | 19 |
| A.4 Sampling..... | 20 |
| A.5 Procedure | 20 |
| A.5.1 General instructions for the analysis | 20 |
| A.5.2 Sample preparation | 20 |
| A.5.3 Instrumental parameters | 21 |
| A.5.4 Calibrants | 22 |
| A.5.5 Calibration..... | 22 |

| | | |
|-----------------------|---|----|
| A.6 | Calculation of HBCDD concentration..... | 23 |
| A.6.1 | General | 23 |
| A.6.2 | Calculation | 23 |
| A.7 | Precision..... | 24 |
| A.8 | Quality assurance and quality control..... | 25 |
| A.8.1 | Performance | 25 |
| A.8.2 | Method detection limit (MDL) and reporting limit | 25 |
| A.9 | Test report | 26 |
| Annex B (informative) | Examples of chromatograms at suggested conditions..... | 27 |
| Annex C (informative) | Results of international interlaboratory study (IIS 9) | 29 |
| Bibliography | | 31 |
| | | |
| Figure B.1 | – Total ion chromatogram of HBCDD by GC-MS analysis..... | 27 |
| Figure B.2 | – Mass spectrum of HBCDD by GC-MS analysis..... | 27 |
| Figure B.3 | – Total ion chromatogram of HBCDD isomers (α -, β -, γ -HBCDD) by HPLC-MS analysis | 28 |
| | | |
| Table 1 | – Tested concentration ranges for HBCDD by GC-MS in various materials..... | 7 |
| Table 2 | – Reference masses for the quantification of HBCDD | 12 |
| Table 3 | – Commercially available HBCDD reference materials considered suitable for GC-MS analysis | 12 |
| Table 4 | – Calibration solutions of HBCDD | 13 |
| Table 5 | – IIS 9 repeatability and reproducibility..... | 16 |
| Table A.1 | – HPLC-MS liquid phase | 21 |
| Table A.2 | – Commercially available HBCDD reference materials considered suitable for HPLC-MS analysis | 22 |
| Table A.3 | – Calibration solutions of HBCDD | 23 |
| Table A.4 | – IIS 9 repeatability and reproducibility | 25 |
| Table C.1 | – Mean results and recovery rates for HBCDD using GC-MS..... | 29 |
| Table C.2 | – Statistical data for GC-MS | 29 |
| Table C.3 | – Mean results and recovery rates for HBCDD using HPLC-MS | 29 |
| Table C.4 | – Statistical data for HPLC-MS | 30 |

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES
IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –**

**Part 9: Hexabromocyclododecane in polymers
by gas chromatography-mass spectrometry (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.

IEC 62321-9 has been prepared by IEC technical committee 111: Environmental standardization for electrical and electronic products and systems. It is an International Standard.

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

| FDIS | Report on voting |
|--------------|------------------|
| 111/620/FDIS | 111/631/RVD |

Full information on the voting for its approval can be found in the report on voting indicated in the above table.

The language used for the development of this International Standard is English.

This document was drafted in accordance with ISO/IEC Directives, Part 2, and developed in accordance with ISO/IEC Directives, Part 1 and ISO/IEC Directives, IEC Supplement, available at www.iec.ch/members_experts/refdocs. The main document types developed by IEC are described in greater detail at www.iec.ch/standardsdev/publications.

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

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

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

INTRODUCTION

The widespread use of electrotechnical products has drawn increased attention to their impact on the environment. In many countries 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 this document is therefore to provide test methods that will allow the electrotechnical industry to determine the levels of certain substances of concern in electrotechnical products on a consistent global basis.

WARNING – Persons using this 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 9: Hexabromocyclododecane in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

1 Scope

This part of IEC 62321 specifies two techniques for the determination of hexabromocyclododecane (HBCDD) in polymers of electrotechnical products.

The gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) test method is described in the normative part of this document. The GC-MS method is suitable for the determination of hexabromocyclododecane (HBCDD).

A method using high-pressure liquid chromatography-mass spectrometry (HPLC-MS) is given in informative Annex A.

These test methods have been evaluated for use with EPS (expanded polystyrene foam), XPS (extruded polystyrene foam) and ABS (acrylonitrile butadiene styrene) within the concentration ranges as specified in Table 1. The use of this method for other types of materials or concentration ranges outside those specified below has not been evaluated.

Table 1 – Tested concentration ranges for HBCDD by GC-MS in various materials

| Substance or element | HBCDD | | |
|----------------------------|------------------------------|---------------------------|-----------------|
| Parameter | Unit of measurement mg/kg | Medium or material tested | |
| | | EPS/XPS | ABS |
| Concentration range tested | | 6 080 to 11 940 | 1 000 to 10 000 |

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

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 | 34 |
| INTRODUCTION..... | 36 |
| 1 Domaine d'application | 37 |
| 2 Références normatives | 37 |
| 3 Termes, définitions et termes abrégés | 37 |
| 3.1 Termes et définitions | 37 |
| 3.2 Termes abrégés | 38 |
| 4 Principe | 38 |
| 5 Réactifs et matériaux..... | 39 |
| 6 Appareillage | 39 |
| 7 Échantillonnage | 40 |
| 8 Mode opératoire | 40 |
| 8.1 Instructions générales pour l'analyse | 40 |
| 8.2 Préparation des échantillons | 40 |
| 8.2.1 Solution mère | 40 |
| 8.2.2 Préextraction des extracteurs Soxhlet..... | 40 |
| 8.2.3 Extraction Soxhlet | 40 |
| 8.2.4 Autre procédure d'extraction pour les polymères solubles..... | 41 |
| 8.2.5 Ajout de l'étalon interne (IS) | 41 |
| 8.3 Paramètres de l'instrument | 41 |
| 8.4 Étalons | 42 |
| 8.5 Étalonnage | 42 |
| 8.5.1 Généralités | 42 |
| 8.5.2 Solutions étalons | 43 |
| 9 Calcul de la concentration en HBCDD | 43 |
| 9.1 Généralités | 43 |
| 9.2 Calcul | 43 |
| 10 Fidélité | 45 |
| 11 Assurance qualité et contrôle qualité | 46 |
| 11.1 Performances | 46 |
| 11.2 Échantillons de contrôle interne et témoins | 47 |
| 11.3 Limite de détection de la méthode (MDL) et limite de déclaration | 48 |
| 12 Rapport d'essai | 48 |
| Annexe A (informative) Détermination de HBCDD dans les polymères par chromatographie en phase liquide sous haute pression-spectrométrie de masse (HPLC-MS)..... | 49 |
| A.1 Principe | 49 |
| A.2 Réactifs et matériaux | 49 |
| A.3 Appareillage..... | 49 |
| A.4 Échantillonnage | 50 |
| A.5 Mode opératoire..... | 50 |
| A.5.1 Instructions générales pour l'analyse | 50 |
| A.5.2 Préparation des échantillons..... | 50 |
| A.5.3 Paramètres de l'instrument | 51 |
| A.5.4 Étalons | 52 |
| A.5.5 Étalonnage | 53 |

| | | |
|------------------------|--|----|
| A.6 | Calcul de la concentration en HBCDD | 53 |
| A.6.1 | Généralités | 53 |
| A.6.2 | Calcul | 54 |
| A.7 | Fidélité..... | 54 |
| A.8 | Assurance qualité et contrôle qualité | 55 |
| A.8.1 | Performances | 55 |
| A.8.2 | Limite de détection de la méthode (MDL) et limite de déclaration..... | 56 |
| A.9 | Rapport d'essai..... | 56 |
| Annexe B (informative) | Exemples de chromatogrammes dans les conditions suggérées | 57 |
| Annexe C (informative) | Résultats de l'étude internationale interlaboratoire (IIS 9) | 59 |
| Bibliographie..... | | 61 |
| Figure B.1 | – Chromatogramme d'ionisation totale de HBCDD par analyse GC-MS..... | 57 |
| Figure B.2 | – Spectre de masse de HBCDD par analyse GC-MS..... | 57 |
| Figure B.3 | – Chromatogramme d'ionisation totale des isomères de HBCDD (α -, β -, γ - HBCDD) par analyse HPLC-MS | 58 |
| Tableau 1 | – Plages de concentrations en HBCDD soumises à l'essai par GC-MS dans différents matériaux | 37 |
| Tableau 2 | – Masses de référence pour la quantification de HBCDD..... | 42 |
| Tableau 3 | – Matériaux de référence HBCDD disponibles dans le commerce et jugés appropriés pour l'analyse par GC-MS | 42 |
| Tableau 4 | – Solutions d'étalonnage de HBCDD | 43 |
| Tableau 5 | – Répétabilité et reproductibilité issues de l'IIS 9 | 46 |
| Tableau A.1 | – Phase liquide pour HPLC-MS | 52 |
| Tableau A.2 | – Matériaux de référence HBCDD disponibles dans le commerce et jugés appropriés pour l'analyse par HPLC-MS | 52 |
| Tableau A.3 | – Solutions d'étalonnage de HBCDD | 53 |
| Tableau A.4 | – Répétabilité et reproductibilité issues de l'IIS 9 | 55 |
| Tableau C.1 | – Résultats moyens et taux de récupération pour HBCDD obtenus par GC-MS | 59 |
| Tableau C.2 | – Données statistiques pour GC-MS..... | 59 |
| Tableau C.3 | – Résultats moyens et taux de récupération pour HBCDD obtenus par HPLC-MS..... | 59 |
| Tableau C.4 | – Données statistiques pour HPLC-MS | 60 |

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 9: Hexabromocyclododécane dans les polymères par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS)

AVANT-PROPOS

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

L'IEC 62321-9 a été établie par le comité d'études 111 de l'IEC: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques. Il s'agit d'une Norme internationale.

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

| | |
|--------------|-----------------|
| FDIS | Rapport de vote |
| 111/620/FDIS | 111/631/RVD |

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à son approbation.

La langue employée pour l'élaboration de cette Norme internationale est l'anglais.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2, il a été développé selon les Directives ISO/IEC, Partie 1 et les Directives ISO/IEC, Supplément IEC, disponibles sous www.iec.ch/members_experts/refdocs. Les principaux types de documents développés par l'IEC sont décrits plus en détail sous www.iec.ch/standardsdev/publications.

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

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

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

INTRODUCTION

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

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

Le but du présent document est donc de fournir, à une échelle mondiale et de manière cohérente, des méthodes d'essai qui permettent à l'industrie électrotechnique de déterminer les concentrations de certaines substances, sources de préoccupation, dans les produits électrotechniques.

AVERTISSEMENT – Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et d'assurer la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 9: Hexabromocyclododécane dans les polymères par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 spécifie deux techniques pour la détermination de l'hexabromocyclododécane (HBCDD) dans les polymères des produits électrotechniques.

La méthode d'essai par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) est décrite dans la partie normative du présent document. La méthode GC-MS convient à la détermination de l'hexabromocyclododécane (HBCDD).

L'Annexe A informative spécifie une méthode utilisant la chromatographie en phase liquide sous haute pression-spectrométrie de masse (HPLC-MS).

Ces méthodes d'essai ont été évaluées pour une utilisation avec une mousse EPS (polystyrène expansé), XPS (polystyrène extrudé) et de l'ABS (acrylonitrile-butadiène-styrène) dans les plages de concentrations spécifiées dans le Tableau 1. L'utilisation de ces méthodes pour d'autres types de matériaux ou des plages de concentrations en dehors de celles spécifiées ci-dessous n'a pas été évaluée.

**Tableau 1 – Plages de concentrations en HBCDD soumises à l'essai
par GC-MS dans différents matériaux**

| Substance ou élément | HBCDD | | | | | |
|---|--------------------------|-------------------------------------|---|---------|-----|----------------|
| | Unité de mesure mg/kg | Milieu ou matériau soumis à l'essai | | | | |
| Paramètre | | | <table border="1"> <tr> <td>EPS/XPS</td> <td>ABS</td> </tr> <tr> <td>6 080 à 11 940</td> <td>1 000 à 10 000</td> </tr> </table> | EPS/XPS | ABS | 6 080 à 11 940 |
| EPS/XPS | ABS | | | | | |
| 6 080 à 11 940 | 1 000 à 10 000 | | | | | |
| Plage de concentrations soumise à l'essai | | | | | | |

Le présent document a le statut d'une norme horizontale conformément au Guide IEC 108.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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*