IEC 62321-10

Edition 1.0 2020-06

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

HORIZONTAL STANDARD
NORME HORIZONTALE

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 10: Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in polymers and electronics by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 10: Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les polymères et les produits électroniques par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC MS)

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 13.020.01; 43.040.10

ISBN 978-2-8322-8441-4

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.

® Registered trademark of the International Electrotechnical Commission
Marque déposée de la Commission Electrotechnique Internationale

CONTENTS

FOREWORD 4
INTRODUCTION 6
1 Scope 7
2 Normative references 7
3 Terms, definitions and abbreviated terms 8
3.1 Terms and definitions 8
3.2 Abbreviated terms 8
4 Principle 8
5 Reagents and materials 8
6 Apparatus 9
7 Sampling 10
8 Procedure 10
8.1 General instructions for the analysis 10
8.2 Sample preparation 11
8.2.1 Ultrasonic extraction 11
8.2.2 Soxhlet extraction 11
8.2.3 Sample clean-up 11
8.3 Instrumental parameters 12
8.4 Calibrants 13
8.4.1 General 13
8.4.2 Stock solution 13
8.4.3 Preparation of calibration standard 13
8.4.4 Internal standard 15
8.4.5 Surrogate standard 15
8.5 Calibration 15
8.5.1 General 15
8.5.2 Calibration standard solutions of PAHs 16
9 Calculation of PAH concentration 17
9.1 General 17
9.2 Calculation 17
10 Precision: repeatability and reproducibility 18
11 Quality assurance and control 20
11.1 Performance 20
11.2 Limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) and limit of quantification (LOQ) 20
12 Test report 21
Annex A (informative) Additional GC-MS conditions 22
A.1 Instrumental parameters for GC-MS 22
A.2 Examples of suitable column and its separation results for PAHs 23
Annex B (informative) Results of international interlaboratory study of PAHs (IIS10-PAHs) 26
Annex C (informative) Labware cleaning procedure for PAH testing 28
C.1 With the use of furnace (non-volumetric glassware only) 28
C.2 Without the use of furnace (glassware and plastic-ware) 28
C.3 Estimation of cleanness of the inner areas of volumetric glassware 29

Bibliography 30

Figure A.1 – Examples of total ion chromatograms of PAHs for each suitable PAH column, naphthalene to benzo[ghi]perylene 25

Table 1 – List of reference masses for the quantification of PAHs 12
Table 2 – Example list of commercially available calibration chemicals considered suitable for this analysis 13
Table 3 – Preparation of low concentrations of the calibration standard solution for GC-MS analysis 16
Table 4 – Preparation of high concentrations of the calibration standard solution for GC-MS analysis 16
Table 5 – IIS10-PAHs repeatability and reproducibility 18
Table A.1 – Instrument parameters for GC-MS 22
Table A.2 – Examples of suitable column and its separation results for PAHs 23
Table A.3 – Information of each PAH substance and numbers of aromatic rings 25
Table B.1 – Statistical data for GC-MS 26

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

_____

DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –

Part 10: Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in polymers and electronics 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.

International Standard IEC 62321-10 has been prepared by IEC technical committee 111: Environmental standardization for electrical and electronic products and systems.

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

FDIS	Report on voting
111/575/FDIS	111/580/RVD

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 document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under "http://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 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 62321-10 introduces a new subject covering polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) 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 10: Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in polymers and electronics by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

1 Scope

This part of IEC 62321 specifies one normative technique for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in polymers of electrotechnical products. These PAHs can especially be found in the plastic and rubber parts of a wide range of consumer articles. They are present as impurities in some of the raw materials used in the production of such articles, in particular in extender oils and in carbon black. They are not added intentionally to the articles and do not perform any specific function as constituents of the plastic or rubber parts.

The gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) test method is suitable for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs).

These test methods have been evaluated for use with plastics and rubbers. These test methods have been evaluated for use with ABS (acrylonitrile butadiene styrene) containing individual PAHs ranging from 37,2 mg/kg to 119 mg/kg and rubbers containing individual PAHs ranging from 1 mg/kg to 221,2 mg/kg.

WARNING – This document does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this document to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

This horizontal standard is primarily intended for use by technical committees in the preparation of standards in accordance with the principles laid down in IEC Guide 108.

One of the responsibilities of a technical committee is, wherever applicable, to make use of horizontal standards in the preparation of its publications. The contents of this horizontal standard will not apply unless specifically referred to or included in the relevant publications.

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*

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

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS 34
INTRODUCTION 36
1 Domaine d'application 37
2 Références normatives 37
3 Termes, définitions et abréviations 38
3.1 Termes et définitions 38
3.2 Abréviations 38
4 Principe 38
5 Réactifs et matériaux 39
6 Appareils 39
7 Échantillonnage 40
8 Procédure 41
8.1 Instructions générales pour l'analyse 41
8.2 Préparation de l'échantillon 41
8.2.1 Extraction par ultrasons 41
8.2.2 Extraction Soxhlet 41
8.2.3 Nettoyage des échantillons 42
8.3 Paramètres instrumentaux 42
8.4 Étalons 43
8.4.1 Généralités 43
8.4.2 Solution mère 43
8.4.3 Préparation de l'étalon 44
8.4.4 Étalon interne 45
8.4.5 Étalon succédané 46
8.5 Étalonnage 46
8.5.1 Généralités 46
8.5.2 Solutions étalons de HAP 46
9 Calcul de la concentration des HAP 48
9.1 Généralités 48
9.2 Calcul 48
10 Précision: répétabilité et reproductibilité 48
11 Assurance et contrôle de la qualité 51
11.1 Performance 51
11.2 Limite de détection (LOD) ou limite de détection de la méthode (MDL) et limite de quantification (LOQ) 52
12 Rapport d'essai 52
Annexe A (Informative) Conditions GC-MS supplémentaires 53
A.1 Paramètres instrumentaux pour GC-MS 53
A.2 Exemples de colonne appropriée et de ses résultats de séparation pour les HAP 54
Annexe B (informative) Résultats de l'étude internationale interlaboratoires sur les HAP (IIS10-PAHs) 57
Annexe C (informative) Procédure de nettoyage du matériel de laboratoire pour les essais de HAP 59
C.1 En utilisant un four (matériel en verre non volumétrique uniquement) 59
C.2 Sans utiliser de four (matériel en verre et en plastique) 59

C.3 Détermination de la propreté des zones internes du matériel en verre volumétrique 60
Bibliographie 61

Figure A.1 – Exemples de chromatogrammes d'ionisation totale des HAP (naphtalène à benzo[ghi]pérylène) pour chaque colonne adaptée aux HAP 56

Tableau 1 – La liste des masses de référence pour la quantification des HAP 43
Tableau 2 – Liste non exhaustive de substances chimiques d'étalonnage disponibles dans le commerce et considérées comme appropriées pour la présente analyse 44
Tableau 3 – Préparation de faibles concentrations de la solution étalon pour l'analyse par GC-MS 47
Tableau 4 – Préparation de fortes concentrations de la solution étalon pour l'analyse par GC-MS 47
Tableau 5 – Répétabilité et reproductibilité IIS10-PAHs 49
Tableau A.1 – Paramètres instrumentaux pour GC-MS 53
Tableau A.2 – Exemples de colonne appropriée et de ses résultats de séparation pour les HAP 54
Tableau A.3 – Informations sur chaque substance HAP et le nombre de noyaux aromatiques 56
Tableau B.1 – Données statistiques pour GC-MS 57

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

_____

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 10: Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les polymères et les produits électroniques 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.

La Norme internationale IEC 62321-10 a été établie par le comité d'études 111 de l'IEC: Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques.

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

FDIS	Rapport de vote
111/575/FDIS	111/580/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 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 ce document 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 au document recherché. À 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 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 (par exemple le plomb (Pb), le cadmium (Cd) et les diphényléthers polybromés (PBDE)) dans les produits électrotechniques est une source d'inquiétude dans la législation régionale actuelle et en cours de préparation.

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.

Cette première édition de l'IEC 62321-10 introduit un nouveau sujet concernant les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans la série IEC 62321.

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 du présent document d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 10: Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les polymères et les produits électroniques par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 spécifie une méthode normative de détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les polymères des produits électrotechniques. Ces HAP se trouvent surtout dans les éléments en plastique et en caoutchouc de nombreux articles grand public. Ils sont présents sous forme d'impuretés dans certaines des matières premières entrant dans la fabrication de ces articles, notamment dans les huiles de dilution et le noir de carbone. Les HAP ne sont pas ajoutés intentionnellement aux articles et ne remplissent aucune fonction spécifique en tant que composants des éléments en plastique ou en caoutchouc.

La méthode d'essai chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS - *gas chromatography-mass spectrometry*) convient à la détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP).

Ces méthodes d'essai ont été évaluées pour utilisation sur des plastiques et des caoutchoucs. Elles ont en outre été évaluées pour l'ABS (acrylonitrile butadiène styrène) allant de 37,2 mg/kg à 119 mg/kg de HAP spécifiques et pour des caoutchoucs allant de 1 mg/kg à 221,2 mg/kg de HAP spécifiques.

AVERTISSEMENT – Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes éventuels de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

Cette norme horizontale est essentiellement destinée à l'usage des comités d'études dans l'élaboration des normes, conformément aux principes établis dans le Guide IEC 108.

Une des responsabilités d'un comité d'études est, partout où cela est possible, de se servir des normes horizontales lors de l'élaboration de ses publications. Le contenu de cette norme horizontale ne s'applique pas, à moins qu'il ne soit spécifiquement désigné ou inclus dans les publications concernées.

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*

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

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique – Spécification et méthodes d'essai*