IEC 62321-9

Edition 1.0 2021-08

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.

® 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 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 diphényliques 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**		
Paramètre	**Unité de mesure mg/kg**	**Milieu ou matériau soumis à l'essai**	
		EPS/XPS	ABS
Plage de concentrations soumise à l'essai		6 080 à 11 940	1 000 à 10 000

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*