

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Determination of certain substances In electrotechnical products –
Part 3-4: Screening – Phthalates in polymers of electrotechnical products by
high performance liquid chromatography with ultraviolet detector (HPLC-UV),
thin layer chromatography (TLC) and thermal desorption mass spectrometry
(TD-MS)**

**Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques –
Partie 3-4: Détection – Phtalates dans les polymères des produits
électrotechniques par chromatographie en phase liquide à haute performance
avec détecteur d'ultraviolets (HPLC-UV), par chromatographie sur couche mince
(CCM) et par spectrométrie de masse par désorption thermique (TD-MS)**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 01.110; 13.020.01; 29.100.01

ISBN 978-2-8322-6853-7

**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.....	5
INTRODUCTION.....	7
1 Scope.....	8
2 Normative references	9
3 Terms, definitions and abbreviated terms	9
3.1 Terms and definitions.....	9
3.2 Abbreviated terms.....	10
4 Principle	10
5 HPLC-UV and TLC method	11
5.1 Reagents and materials	11
5.1.1 Reagents and materials of HPLC-UV method.....	11
5.1.2 Reagents and materials of TLC method	11
5.2 Equipment, apparatus and tools.....	12
5.2.1 Equipment, apparatus and tools for HPLC-UV method	12
5.2.2 Equipment, apparatus and tools for TLC method	12
5.3 Sampling.....	12
5.4 Procedure	13
5.4.1 Procedure of HPLC-UV method	13
5.4.2 Procedure of TLC method.....	15
5.5 Calculation of phthalates concentration.....	17
5.6 Precision.....	17
5.6.1 Precision of HPLC-UV method.....	17
5.6.2 Precision of TLC method	18
5.7 Quality assurance and control.....	19
5.7.1 Quality assurance and control of HPLC-UV method	19
5.7.2 Quality assurance and control of TLC method.....	21
5.8 Test report	22
6 TD-MS method	22
6.1 Reagents and materials	22
6.2 Equipment, apparatus and tools.....	22
6.2.1 Equipment	22
6.2.2 Apparatus and tools.....	22
6.3 Sampling.....	22
6.4 Procedure	23
6.4.1 Procedure of APCI-MS method	23
6.4.2 Procedure of IA-MS method.....	25
6.5 Calculation of phthalates concentration.....	27
6.6 Precision.....	27
6.7 Quality assurance and control.....	28
6.7.1 Sensitivity.....	28
6.7.2 Stability test.....	28
6.7.3 Blank test	29
6.7.4 Limit of detection (LOD) or method detection limit (MDL) and limit of quantification (LOQ)	29
6.8 Test report	29
Annex A (informative) FT-IR method	30

A.1	Principle	30
A.2	Reagents and materials	32
A.3	Apparatus	32
A.4	Sampling.....	33
A.5	Procedure	33
A.5.1	Sample preparation	33
A.5.2	Instrumental parameters	33
A.5.3	Calibration	33
A.6	Calculation of phthalates concentration.....	34
A.7	Precision.....	34
A.8	Quality assurance and control.....	35
A.9	Test report	35
Annex B (informative)	Details of analysis by TLC method	36
B.1	Separation by TLC	36
B.2	Detection by image analysis.....	36
B.3	Re-measurement	38
Annex C (informative)	Examples of spectrums and chromatograms at suggested conditions	41
C.1	FT-IR spectrum	41
C.2	HPLC-UV chromatogram.....	41
C.3	TLC chromatogram	42
C.4	APCI-MS mass spectrum	42
C.5	IA-MS mass spectrum	43
Annex D (informative)	Commercially available reference materials and solutions considered suitable for the suggested methods.....	44
Annex E (informative)	Flowchart of test methods	45
Annex F (informative)	Commonly used phthalates.....	46
Annex G (informative)	Results of international inter-laboratory study 3-4 (IIS 3-4).....	47
Bibliography.....		51
Figure 1	– Polymer samples in glass vials with acetonitrile (tightened with sealing tape)	15
Figure A.1	– Phthalate analysis in polymers (check)	31
Figure A.2	– Phthalate analysis in polymers with pre-treatment	31
Figure B.1	– Usage of TLC plate (20 cm × 10 cm).....	36
Figure B.2	– Set-up of camera-equipment for TLC (inside of darkroom)	37
Figure B.3	– TLC chromatogram	38
Figure B.4	– Separation by re-measurement conditions (in case of pattern a)).....	39
Figure B.5	– Peak shift affected by large amount of DEHA.....	39
Figure B.6	– TLC re-measurement by standard addition method (in case of pattern b)).....	40
Figure C.1	– Spectrum of FT-IR	41
Figure C.2	– Chromatogram of HPLC-UV	41
Figure C.3	– Developed TLC plate exposed to UV light of 254 nm	42
Figure C.4	– Image processed TLC chromatogram of Figure C.3	42
Figure C.5	– Mass spectrums of APCI-MS	43
Figure C.6	– Mass spectrums of IA-MS	43
Figure E.1	– Flowchart for screening step and verification test step	45

Table 1 – Standard mixture solution concentrations	13
Table 2 – Measurement conditions of HPLC-UV	14
Table 3 – Standard mixture solution concentrations	15
Table 4 – Measurement conditions of TLC	16
Table 5 – IIS 3-4 Repeatability and reproducibility of HPLC-UV	18
Table 6 – IIS 3-4 Repeatability and reproducibility of TLC	19
Table 7 – Measurement conditions of APCI-MS	24
Table 8 – Measurement conditions of IA-MS	26
Table 9 – IIS 3-4 Repeatability and reproducibility of TD-MS	28
Table A.1 – IIS 3-4 Repeatability and reproducibility of FT-IR	34
Table B.1 – Conditions of photography	37
Table B.2 – Range of R_f values of target phthalates	38
Table D.1 – Example list of commercially available reference materials	44
Table F.1 – Example list of commonly used phthalates in products	46
Table G.1 – Formulation of samples	47
Table G.2 – Statistical data for HPLC-UV	48
Table G.3 – Statistical data for TLC	49
Table G.4 – Statistical data for TD-MS	50
Table G.5 – Statistical data for FT-IR	50

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**DETERMINATION OF CERTAIN SUBSTANCES
IN ELECTROTECHNICAL PRODUCTS –**
Part 3-4: Screening – Phthalates in polymers of electrotechnical products by high performance liquid chromatography with ultraviolet detector (HPLC-UV), thin layer chromatography (TLC) and thermal desorption mass spectrometry (TD-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 62321-3-4 has been prepared 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:

Draft	Report on voting
111/695/FDIS	111/701/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/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 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 62321-3-4 introduces a new part in the IEC 62321 series.

Appropriate test methods are required in order to facilitate the monitoring of the contents of certain substances in affected materials. Faced with the enormous task of testing a diversity of electronic and electric equipment, the industry adopted the concept of 'screening' in order to reduce the amount of testing. As defined in IEC 62321-1:2013, 3.1.10, "*...screening is an analytical procedure to determine the presence or absence of substances in the representative part or section of a product, relative to the value or values chosen as the criterion for presence, absence or further testing*". Executed as a predecessor to any other test analysis of the product, the main objective of screening is to quickly, expediently, inexpensively and preferably in a non-destructive manner, determine whether the screened product:

- contains a certain substance at a concentration significantly higher than its value accepted as criterion, and therefore can be rejected as being above the threshold;
- contains a certain substance at a concentration significantly lower than its value accepted as criterion, and therefore can be considered below the threshold;
- contains a certain substance at a concentration so close to the value accepted as criterion that when all possible errors of measurement and safety factors and measurement uncertainty are considered, no conclusive decision can be made about the absence or presence of substance and, therefore, a follow-up action can be required, such as another, more specific or more precise and accurate analysis.

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 3-4: Screening – Phthalates in polymers of electrotechnical products by high performance liquid chromatography with ultraviolet detector (HPLC-UV), thin layer chromatography (TLC) and thermal desorption mass spectrometry (TD-MS)

1 Scope

This part of IEC 62321 specifies procedures for the screening of di-isobutyl phthalate (DIBP), di-n-butyl phthalate (DBP), benzyl butyl phthalate (BBP), di-(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP) in polymers of electrotechnical products by using high performance liquid chromatography with ultraviolet detector (HPLC-UV), thin layer chromatography (TLC) and thermal desorption mass spectrometry (TD-MS).

High performance liquid chromatography with ultraviolet detector (HPLC-UV), thin layer chromatography (TLC) and thermal desorption mass spectrometry (TD-MS) techniques are described in the normative part of this document. Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) is described in the informative annexes of this document.

The HPLC-UV and TLC techniques are suitable for screening and semi-quantitative analysis of DIBP, DBP, BBP and DEHP in polymers that are used as parts in electrotechnical products above 300 mg/kg.

The TD-MS technique is suitable for screening and semi-quantitative analysis of DIBP, DBP, BBP and DEHP in polymers that are used as parts in electrotechnical products above 300 mg/kg.

The FT-IR technique is suitable for preliminary screening of total phthalates (DIBP, DBP, BBP, DEHP and so forth) in polymers that are used as parts in electrotechnical products above 50 000 mg/kg.

These test methods have been evaluated by testing polyethylene (PE), polyvinyl chloride (PVC) materials containing individual phthalates between 500 mg/kg to 3 000 mg/kg as depicted in this document. The use of the methods described in this document for other polymer types, phthalate compounds or concentration ranges other than those specified above has not been specifically evaluated.

A flow chart is given as an example of how each method included in this document can be used for screening. The test methods in this document differ from those given in IEC 62321-8 [1]¹ in that not all phthalates in this scope are separated from each other. Detectable combinations are DIBP + DBP + BBP and DEHP for the HPLC-UV technique, DIBP + DBP, BBP and DEHP for the TLC technique and TD-MS technique, total phthalates for the FT-IR technique. FT-IR is a suitable analytical technique for preliminary screening in the first step of phthalates screening. These test methods are characterized by a shorter measuring time compared with IEC 62321-8 because all phthalates in this scope are not separated from each other.

NOTE See Annex F for commonly used phthalates in products.

This document has the status of a horizontal publication in accordance with IEC Guide 108 [2].

¹ Numbers in square brackets refer to the Bibliography.

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 62321-2:2021, *Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation*

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	57
INTRODUCTION.....	59
1 Domaine d'application	60
2 Références normatives	61
3 Termes, définitions et abréviations	61
3.1 Termes et définitions	61
3.2 Abréviations.....	62
4 Principe.....	62
5 Méthodes HPLC-UV et CCM.....	63
5.1 Réactifs et matériaux	63
5.1.1 Réactifs et matériaux pour la méthode HPLC-UV.....	63
5.1.2 Réactifs et matériaux pour la méthode CCM.....	64
5.2 Matériel, appareillage et outils	64
5.2.1 Matériel, appareillage et outils pour la méthode HPLC-UV.....	64
5.2.2 Matériel, appareillage et outils pour la méthode CCM.....	64
5.3 Échantillonnage	65
5.4 Procédure	65
5.4.1 Procédure pour la méthode HPLC-UV.....	65
5.4.2 Procédure pour la méthode CCM.....	67
5.5 Calcul de la concentration de phtalates.....	69
5.6 Précision.....	70
5.6.1 Précision de la méthode HPLC-UV	70
5.6.2 Précision de la méthode CCM.....	71
5.7 Assurance qualité et contrôle de la qualité	72
5.7.1 Assurance qualité et contrôle de la qualité de la méthode HPLC-UV.....	72
5.7.2 Assurance qualité et contrôle de la qualité de la méthode CCM.....	73
5.8 Rapport d'essai.....	74
6 Méthode TD-MS	74
6.1 Réactifs et matériaux	74
6.2 Matériel, appareillage et outils	74
6.2.1 Matériel	74
6.2.2 Appareillage et outils	75
6.3 Échantillonnage	75
6.4 Procédure.....	75
6.4.1 Procédure pour la méthode APCI-MS	75
6.4.2 Procédure pour la méthode IA-MS	77
6.5 Calcul de la concentration de phtalates.....	79
6.6 Précision.....	79
6.7 Assurance qualité et contrôle de la qualité	80
6.7.1 Sensibilité.....	80
6.7.2 Essai de stabilité	81
6.7.3 Essai témoin.....	81
6.7.4 Limite de détection (LOD) ou limite de détection de la méthode (MDL) et limite de quantification (LOQ)	81
6.8 Rapport d'essai.....	82
Annexe A (informative) Méthode IR-TF	83

A.1	Principe	83
A.2	Réactifs et matériaux	85
A.3	Appareillage.....	86
A.4	Échantillonnage	86
A.5	Procédure	86
A.5.1	Préparation de l'échantillon	86
A.5.2	Paramètres de l'instrument	86
A.5.3	Étalonnage	87
A.6	Calcul de la concentration de phtalates.....	87
A.7	Précision.....	87
A.8	Assurance qualité et contrôle de la qualité	88
A.9	Rapport d'essai.....	88
Annexe B (informative)	Détails de l'analyse au moyen de la méthode CCM	89
B.1	Séparation par CCM	89
B.2	Détection par analyse d'images	89
B.3	Remesurage	92
Annexe C (Informative)	Exemples de spectres et de chromatogrammes dans les conditions proposées.....	94
C.1	Spectre IR-TF	94
C.2	Chromatogramme par HPLC-UV	94
C.3	Chromatogramme par CCM.....	95
C.4	Spectre de masse par APCI-MS.....	96
C.5	Spectre de masse par IA-MS	97
Annexe D (informative)	Matériaux/solutions de référence disponibles dans le commerce considérés comme adaptés aux méthodes proposées	98
Annexe E (informative)	Logigramme des méthodes d'essai.....	100
Annexe F (informative)	Phtalates couramment utilisés	101
Annexe G (informative)	Résultats de l'étude internationale interlaboratoire 3-4 (IIS 3-4)	102
Bibliographie.....		106
Figure 1	– Échantillons de polymères mélangés à de l'acétonitrile dans des fioles en verre (fermées à l'aide d'un ruban d'étanchéité).....	67
Figure A.1	– Analyse des phtalates dans les polymères (contrôle).....	84
Figure A.2	– Analyse des phtalates dans les polymères avec prétraitement.....	84
Figure B.1	– Utilisation de la plaque pour CCM (20 cm × 10 cm).....	89
Figure B.2	– Configuration du matériel photographique pour la CCM (en chambre noire).....	90
Figure B.3	– Chromatogramme par CCM	91
Figure B.4	– Conditions de séparation par remesurage (dans le cas du modèle a)).....	92
Figure B.5	– Déplacement de pic influencé par une grande quantité de DEHA.....	92
Figure B.6	– Remesurage par CCM au moyen d'une méthode d'ajout d'un étalon (dans le cas du modèle b))	93
Figure C.1	– Spectre IR-TF.....	94
Figure C.2	– Chromatogramme par HPLC-UV	95
Figure C.3	– Plaque pour CCM développée exposée à une lumière UV de 254 nm	95
Figure C.4	– Chromatogramme par CCM de la Figure C.3 qui a subi un traitement d'image.....	96

Figure C.5 – Spectre de masse par APCI-MS	96
Figure C.6 – Spectre de masse par IA-MS	97
Figure E.1 – Logigramme pour la procédure de détection et la procédure d'essai de vérification	100
Tableau 1 – Concentration des solutions de mélange étalon	66
Tableau 2 – Conditions de mesurage par HPLC-UV	66
Tableau 3 – Concentration des solutions de mélange étalon	68
Tableau 4 – Conditions de mesurage par CCM	68
Tableau 5 – Répétabilité et reproductibilité IIS 3-4 de la méthode HPLC-UV	70
Tableau 6 – Répétabilité et reproductibilité IIS 3-4 de la méthode CCM	71
Tableau 7 – Conditions de mesurage par APCI-MS.....	76
Tableau 8 – Conditions de mesurage par IA-MS	78
Tableau 9 – Répétabilité et reproductibilité IIS 3-4 de la méthode TD-MS	80
Tableau A.1 – Répétabilité et reproductibilité IIS 3-4 de la méthode IR-TF	88
Tableau B.1 – Conditions de la prise de photographies.....	90
Tableau B.2 – Plage de valeurs R_f des phtalates cibles	91
Tableau D.1 – Liste d'exemples de matériaux de référence disponibles dans le commerce	98
Tableau F.1 – Liste d'exemples de phtalates couramment utilisés dans les produits	101
Tableau G.1 – Formulation des échantillons	102
Tableau G.2 – Données statistiques pour la méthode HPLC-UV	103
Tableau G.3 – Données statistiques pour la méthode CCM.....	104
Tableau G.4 – Données statistiques pour la méthode TD-MS.....	105
Tableau G.5 – Données statistiques pour la méthode IR-TF.....	105

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS
LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –****Partie 3-4: Détection – Phtalates dans les polymères des produits
électrotechniques par chromatographie en phase liquide à haute
performance avec détecteur d'ultraviolets (HPLC-UV), par
chromatographie sur couche mince (CCM) et par spectrométrie de masse
par désorption thermique (TD-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.

L'IEC 62321-3-4 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:

Projet	Rapport de vote
111/695/FDIS	111/701/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/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*, se trouve 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. 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 incidence sur l'environnement. Dans de nombreux pays du monde, ceci a conduit à l'adaptation de réglementations relatives aux déchets, aux substances et à la consommation d'énergie des produits électrotechniques.

L'utilisation de certaines substances (comme le plomb (Pb), le cadmium (Cd), les diphényléthers polybromés (PBDE) et des phtalates spécifiques) 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 permettent à l'industrie électrotechnique de déterminer les niveaux de certaines substances, sources de préoccupation, dans les produits électrotechniques.

La présente première édition de l'IEC 62321-3-4 constitue une nouvelle partie de la série IEC 62321.

Des méthodes d'essai appropriées sont exigées pour faciliter la surveillance des teneurs en certaines substances dans les matériaux concernés. Confrontée à l'immense tâche qui consiste à soumettre à l'essai une multitude de matériels électriques et électroniques, l'industrie a adopté le concept de "détection" afin de réduire la quantité d'essais. Comme cela est défini en 3.1.10 de l'IEC 62321-1:2013, la détection est une *"...procédure analytique utilisée pour déterminer la présence ou l'absence de substances dans la partie ou section représentative d'un produit, eu égard à la (aux) valeur(s) choisie(s) comme critère(s) de présence, d'absence ou d'essais supplémentaires"*. Exécutée préalablement à toute autre analyse d'essai du produit, la détection a pour principal objet de déterminer de manière rapide, efficace, peu coûteuse et préférentiellement de manière non destructive si le produit analysé:

- contient une substance donnée à une concentration nettement supérieure à la valeur admise comme référence et peut donc être rejeté pour cause de dépassement du seuil;
- contient une substance donnée à une concentration nettement inférieure à la valeur admise comme référence et peut donc être considéré comme étant au-dessous du seuil;
- contient une substance donnée à une concentration si proche de la valeur admise comme référence qu'après avoir pris en compte l'ensemble des erreurs de mesurage et des facteurs de sécurité possibles ainsi que l'incertitude de mesure, aucune décision concluante ne peut être prise quant à l'absence ou la présence de la substance considérée, ce qui peut conduire à la nécessité d'une mesure de suivi, telle qu'une autre analyse plus spécifique ou plus exacte.

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

DÉTERMINATION DE CERTAINES SUBSTANCES DANS LES PRODUITS ÉLECTROTECHNIQUES –

Partie 3-4: Détection – Phtalates dans les polymères des produits électrotechniques par chromatographie en phase liquide à haute performance avec détecteur d'ultraviolets (HPLC-UV), par chromatographie sur couche mince (CCM) et par spectrométrie de masse par désorption thermique (TD-MS)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 62321 spécifie les procédures de détection du phtalate de diisobutyle (DIBP), du phtalate de di-n-butyle (DBP), du phtalate de benzyle et de butyle (BBP) et du phtalate de bis(2-éthylhexyle) (DEHP) dans les polymères des produits électrotechniques par chromatographie en phase liquide à haute performance avec détecteur d'ultraviolets (HPLC-UV), par chromatographie sur couche mince (CCM) et par spectrométrie de masse par désorption thermique (TD-MS).

Les techniques de chromatographie en phase liquide à haute performance avec détecteur d'ultraviolets (HPLC-UV), de chromatographie sur couche mince (CCM) et de spectrométrie de masse par désorption thermique (TD-MS) sont décrites dans la partie normative du présent document. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF) est décrite dans les annexes informatives du présent document.

Les techniques de HPLC-UV et de CCM sont adaptées à la détection et à l'analyse semiquantitative du DIBP, du DBP, du BBP et du DEHP dans les polymères qui composent les produits électrotechniques à une concentration supérieure à 300 mg/kg.

Les techniques de TD-MS sont adaptées à la détection et à l'analyse semiquantitative du DIBP, du DBP, du BBP et du DEHP dans les polymères qui composent les produits électrotechniques à une concentration supérieure à 300 mg/kg.

La technique d'IR-TF décrite est adaptée à la détection préliminaire de la totalité des phtalates (DIBP, DBP, BBP, DEHP, etc.) dans les polymères qui composent les produits électrotechniques à une concentration supérieure à 50 000 mg/kg.

Ces méthodes d'essai ont été évaluées en soumettant aux essais des matériaux PE (polyéthylène) et PVC (polychlorure de vinyle) qui contiennent différents phtalates à une concentration comprise entre 500 mg/kg et 3 000 mg/kg, comme cela est décrit dans les parties normatives et informatives du présent document. L'utilisation des méthodes décrites dans le présent document pour des types de polymères, des composés de phtalates ou des plages de concentrations autres que ceux spécifiés ci-dessus n'a pas été expressément évaluée.

L'Annexe E contient un logigramme qui donne un exemple de la façon dont chaque méthode incluse dans le présent document peut être utilisée à des fins de détection. Les méthodes d'essai spécifiées dans le présent document diffèrent de celles de l'IEC 62321-8 [1]¹ dans la mesure où tous les phtalates qui entrent dans le présent domaine d'application ne sont pas séparés les uns des autres. Les combinaisons détectables sont DIBP + DBP + BBP et DEHP pour la technique de HPLC-UV, DIBP + DBP, BBP et DEHP pour les techniques de CCM et de TD-MS, et la totalité des phtalates pour la technique d'IR-TF. L'IR-TF est une technique analytique adaptée à la détection préliminaire lors de la première étape de détection des

¹ Les chiffres entre crochets renvoient à la Bibliographie

phtalates. Ces méthodes d'essai se caractérisent par une durée de mesurage plus courte par rapport à celles de l'IEC 62321-8, car tous les phtalates qui entrent dans le présent domaine d'application ne sont pas séparés les uns des autres.

NOTE Voir l'Annexe F pour connaître les phtalates couramment utilisés dans les produits.

Le présent document a le statut d'une publication horizontale conformément au Guide 108 de l'IEC [2].

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 62321-2:2021, *Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 2: Démontage, défabrication et préparation mécanique de l'échantillon*