

IEC 62321-11:2023-12 (E/F)

Determination of certain substances in electrical products - Part 11: Tris (2-chloroethyl) phosphate (TCEP) in plastics by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and liquid chromatography-mass spectrometry (LC-MS)

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques - Partie 11: Phosphate de tris (2-chloroéthyle) (TCEP) dans les plastiques par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) et chromatographie liquide-spectrométrie de masse (LC-MS)

Contents

Page

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.....	9
5 Reagents and materials.....	9
6 Apparatus.....	10
6.1 GC-MS method.....	10
6.2 LC-MS method.....	11
7 Sampling.....	11
8 Procedure.....	11
8.1 General instructions for the analysis.....	11
8.2 Sample preparation.....	11
8.2.1 General.....	11
8.2.2 GC-MS method.....	12
8.2.3 LC-MS method.....	13
8.3 Instrumental parameters.....	14
8.3.1 GC-MS method.....	14
8.3.2 LC-MS method.....	15
8.4 Calibrants.....	16
8.5 Calibration.....	17
8.5.1 General.....	17
8.5.2 TCEP and surrogate (100 µg/ml) stock solution.....	17
8.5.3 Internal standard solution (100 µg/ml of anthracene-d ₁₀).....	17
8.5.4 Standard solutions.....	17
9 Calculation of TCEP concentration.....	19
10 Precision.....	21
10.1 GC-MS method.....	21
10.2 LC-MS method.....	21
11 Quality assurance and control.....	22

11.1	General.....	22
11.2	GC-MS method	22
11.2.1	Performance.....	22
11.2.2	Method detection limit and reporting limit.....	23
11.3	LC-MS method.....	24
11.3.1	Performance.....	24
11.3.2	Method detection limit and reporting limit.....	25
12	Test report.....	25
Annex A (informative) Tris(2-chloroethyl) phosphate (TCEP) in plastics by gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyser/thermal desorption accessory (Py/TD-GC-MS)		26
A.1	Principle	26
A.2	Reagents and materials	27
A.3	Apparatus	27
A.4	Sampling.....	28
A.5	Procedure.....	28
A.5.1	General instructions for the analysis	28
A.5.2	Sample preparation	28
A.5.3	Instrumental parameters	29
A.5.4	Calibration.....	30
A.6	Calculation of TCEP concentration.....	31
A.6.1	General	31
A.6.2	Determination of RF of DEHP	31
A.6.3	Calculation	32
Annex B (informative) Examples of chromatograms and mass spectrum by GC-MS		33
Annex C (informative) Examples of chromatograms and mass spectrum by LC-MS.....		34
Annex D (informative) Examples of chromatograms and mass spectrum by Py-TD-GC-MS.....		35
Bibliography.....		36
Figure B.1 – Gas chromatogram of TCEP, TCEP-d ₁₂ , and anthracene-d ₁₀		33
Figure B.2 – Mass spectrum of TCEP by GC-MS		33
Figure B.3 – Mass spectrum of TCEP-d ₁₂ by GC-MS		33
Figure C.1 – Liquid chromatogram of TCEP and TCEP-d ₁₂		34
Figure C.2 – Mass spectrum of TCEP by LC-MS.....		34
Figure C.3 – Mass spectrum of TCEP-d ₁₂ by LC-MS		34
Figure D.1 – Total ion current chromatogram of TCEP by Py-TD-GC-MS		35
Figure D.2 – Mass spectrum of TCEP by Py-TD-GC-MS		35
Table 1 – Measurement condition of GC-MS		14
Table 2 – Reference masses for the quantification of TCEP		15
Table 3 – Measurement condition of LC-MS.....		16
Table 4 – Calibration standard solution of TCEP with internal standard – Estimated TCEP sample solution concentration 0,1 µg/ml and higher.....		18
Table 5 – Calibration standard solution of TCEP with internal standard – Estimated TCEP sample solution concentration lower than 0,1 µg/ml		18
Table 6 – IIS 11 repeatability and reproducibility (GC-MS).....		21
Table 7 – IIS 11 repeatability and reproducibility (LC-MS).....		22
Table A.1 – Measurement conditions of Py/TD-GC-MS		29

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	40
INTRODUCTION.....	42
1 Domaine d'application	43
2 Références normatives	43
3 Termes, définitions et abréviations	43
3.1 Termes et définitions	43
3.2 Abréviations.....	44
4 Principe.....	45
5 Réactifs et matériaux.....	45
6 Appareils	46
6.1 Méthode GC-MS	46
6.2 Méthode LC-MS.....	47
7 Échantillonnage	47
8 Procédure.....	47
8.1 Instructions générales pour l'analyse	47
8.2 Préparation de l'échantillon.....	48
8.2.1 Généralités.....	48
8.2.2 Méthode GC-MS	48
8.2.3 Méthode LC-MS.....	49
8.3 Paramètres de l'instrument	50
8.3.1 Méthode GC-MS.....	50
8.3.2 Méthode LC-MS.....	52
8.4 Étalons	53
8.5 Étalonnage	53
8.5.1 Généralités.....	53
8.5.2 Solution mère de TCEP et de succédané (100 µg/ml).....	53
8.5.3 Solution étalon interne (100 µg/ml d'antracène-d ₁₀).....	53
8.5.4 Solutions étalons	53
9 Calcul de la concentration en TCEP	55
10 Précision	57
10.1 Méthode GC-MS	57
10.2 Méthode LC-MS.....	57
11 Assurance qualité et contrôle de la qualité.....	58
11.1 Généralités	58
11.2 Méthode GC-MS	58
11.2.1 Performances	58
11.2.2 Limite de détection de la méthode et limite de déclaration	60
11.3 Méthode LC-MS.....	60
11.3.1 Performances	60
11.3.2 Limite de détection de la méthode et limite de déclaration	61
12 Rapport d'essai	61
Annexe A (informative) Détermination du phosphate de tris(2-chloroéthyle) (TCEP) dans les plastiques par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse à l'aide d'un pyrolyseur/accessoire de désorption thermique (Py-TD-GC-MS)	62
A.1 Principe	62

A.2	Réactifs et matériaux	63
A.3	Appareils	63
A.4	Échantillonnage	64
A.5	Procédure	64
A.5.1	Instructions générales pour l'analyse	64
A.5.2	Préparation de l'échantillon	65
A.5.3	Paramètres de l'instrument	65
A.5.4	Étalonnage	66
A.6	Calcul de la concentration en TCEP	68
A.6.1	Généralités	68
A.6.2	Détermination du RF du DEHP	68
A.6.3	Calcul	69
Annexe B (informative)	Exemples de chromatogrammes et de spectres de masse par GC-MS.....	70
Annexe C (informative)	Exemples de chromatogrammes et de spectres de masse par LC-MS	71
Annexe D (informative)	Exemples de chromatogrammes et de spectres de masse par Py-TD-GC-MS.....	72
	Bibliographie.....	73
Figure B.1	– Chromatogramme en phase gazeuse du TCEP, du TCEP-d ₁₂ et de l'anthracène-d ₁₀	70
Figure B.2	– Spectre de masse du TCEP par GC-MS.....	70
Figure B.3	– Spectre de masse du TCEP-d ₁₂ par GC-MS.....	70
Figure C.1	– Chromatogramme en phase liquide du TCEP et du TCEP-d ₁₂	71
Figure C.2	– Spectre de masse du TCEP par LC-MS	71
Figure C.3	– Spectre de masse du TCEP-d ₁₂ par LC-MS	71
Figure D.1	– Chromatogramme du courant ionique total de TCEP par Py-TD-GC-MS	72
Figure D.2	– Spectre de masse du TCEP par Py-TD-GC-MS.....	72
Tableau 1	– Conditions de mesure par GC-MS	50
Tableau 2	– Masses de référence pour la quantification du TCEP.....	51
Tableau 3	– Conditions de mesure par LC-MS	52
Tableau 4	– Solution d'étalonnage du TCEP avec étalon interne – Concentration estimée de la solution d'échantillon de TCEP de 0,1 µg/ml et plus	54
Tableau 5	– Solution d'étalonnage du TCEP avec étalon interne – Concentration estimée de la solution d'échantillon de TCEP inférieure à 0,1 µg/ml.....	54
Tableau 6	– Répétabilité et reproductibilité IIS 11 (GC-MS)	57
Tableau 7	– Répétabilité et reproductibilité IIS 11 (LC-MS).....	58
Tableau A.1	– Conditions de mesure par Py/TD-GC-MS	66