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

Determination of certain substances in electrote chnical 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 électr otechniques - Partie 11: Phosphate de tris (2-chloroéthyle) (TCEP) dans les plas tiques par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) et ch romatographie 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'anthracène-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