

# 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 <sub>10</sub> ).....	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 <sub>12</sub> , and anthracene-d <sub>10</sub> .....		33
Figure B.2 – Mass spectrum of TCEP by GC-MS .....		33
Figure B.3 – Mass spectrum of TCEP-d <sub>12</sub> by GC-MS .....		33
Figure C.1 – Liquid chromatogram of TCEP and TCEP-d <sub>12</sub> .....		34
Figure C.2 – Mass spectrum of TCEP by LC-MS.....		34
Figure C.3 – Mass spectrum of TCEP-d <sub>12</sub> 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 <sub>10</sub> ).....	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 <sub>12</sub> et de l'anthracène-d <sub>10</sub> .....	70
Figure B.2	– Spectre de masse du TCEP par GC-MS.....	70
Figure B.3	– Spectre de masse du TCEP-d <sub>12</sub> par GC-MS.....	70
Figure C.1	– Chromatogramme en phase liquide du TCEP et du TCEP-d <sub>12</sub> .....	71
Figure C.2	– Spectre de masse du TCEP par LC-MS .....	71
Figure C.3	– Spectre de masse du TCEP-d <sub>12</sub> 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