

# ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation  
de l'accréditation, de la sécurité et qualité  
des produits et services

## ILNAS-EN IEC 62321-3-4:2023

### **Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques - Partie 3-4: Détection - Phtalates dans les polymères des produits**

Determination of certain substances in  
electrotechnical products - Part 3-4:  
Screening - Phthalates in polymers of  
electrotechnical products by high

Verfahren zur Bestimmung von  
bestimmten Substanzen in Produkten  
der Elektrotechnik - Teil 3-4: Screening  
von Phthalaten in Polymeren von

06/2023



## Avant-propos national

Cette Norme Européenne EN IEC 62321-3-4:2023 a été adoptée comme Norme Luxembourgeoise ILNAS-EN IEC 62321-3-4:2023.

Toute personne intéressée, membre d'une organisation basée au Luxembourg, peut participer gratuitement à l'élaboration de normes luxembourgeoises (ILNAS), européennes (CEN, CENELEC) et internationales (ISO, IEC) :

- Influencer et participer à la conception de normes
- Anticiper les développements futurs
- Participer aux réunions des comités techniques

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

### **CETTE PUBLICATION EST PROTÉGÉE PAR LE DROIT D'AUTEUR**

Aucun contenu de la présente publication ne peut être reproduit ou utilisé sous quelque forme ou par quelque procédé que ce soit - électronique, mécanique, photocopie ou par d'autres moyens sans autorisation préalable !

ILNAS-EN IEC 62321-3-4:2023

**NORME EUROPÉENNE** **EN IEC 62321-3-4**  
**EUROPÄISCHE NORM**  
**EUROPEAN STANDARD**

Juin 2023

ICS 13.020.01; 29.100.01; 01.110

Version française

**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) (IEC 62321-3-4:2023)**

Verfahren zur Bestimmung von bestimmten Substanzen in Produkten der Elektrotechnik - Teil 3-4: Screening von Phthalaten in Polymeren von Produkten der Elektrotechnik durch Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie mit Ultraviolett-detektor (HPLC-UV), Dünnschichtchromatographie (TLC) und Thermodesorptions-Massenspektroskopie (TD-MS) (IEC 62321-3-4:2023)

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) (IEC 62321-3-4:2023)

La présente Norme Européenne a été adoptée par le CENELEC le 2023-06-07. Les membres du CENELEC sont tenus de se soumettre au Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, qui définit les conditions dans lesquelles doit être attribué, sans modification, le statut de norme nationale à cette Norme Européenne.

Les listes mises à jour et les références bibliographiques relatives à ces normes nationales peuvent être obtenues auprès du CEN-CENELEC Management Centre ou auprès des membres du CENELEC.

La présente Norme Européenne existe en trois versions officielles (allemand, anglais, français). Une version dans une autre langue faite par traduction sous la responsabilité d'un membre du CENELEC dans sa langue nationale, et notifiée au CEN-CENELEC Management Centre, a le même statut que les versions officielles.

Les membres du CENELEC sont les comités électrotechniques nationaux des pays suivants: Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Croatie, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République de Macédoine du Nord, République de Serbie, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.



Comité Européen de Normalisation Electrotechnique  
Europäisches Komitee für Elektrotechnische Normung  
European Committee for Electrotechnical Standardization

**CEN-CENELEC Management Centre: Rue de la Science 23, B-1040 Bruxelles**

## Avant-propos européen

Le texte du document 111/695/FDIS, future édition 1 de IEC 62321-3-4, préparé par le CE 111 de l'IEC, "Normalisation environnementale pour les produits et les systèmes électriques et électroniques", a été soumis au vote parallèle IEC-CENELEC et approuvé par le CENELEC en tant que EN IEC 62321-3-4:2023.

Les dates suivantes sont fixées:

- date limite à laquelle ce document doit être mis en application au niveau national par publication d'une norme nationale identique ou par entérinement (dop) 2024-03-07
- date limite à laquelle les normes nationales conflictuelles doivent être annulées (dow) 2026-06-07

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. Le CENELEC ne saurait être tenu pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information et toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve sur le site web du CENELEC.

### Notice d'entérinement

Le texte de la Norme internationale IEC 62321-3-4:2023 a été approuvé par le CENELEC comme Norme Européenne sans aucune modification.

Dans la version officielle, ajouter dans la Bibliographie la note suivante pour la norme indiquée:

IEC 62321-8:2017 NOTE Approuvée comme EN 62321-8:2017 (non modifiée)  
IEC 62321-6:2015 NOTE Approuvée comme EN 62321-6:2015 (non modifiée)  
ISO 3696 NOTE Approuvée comme EN ISO 3696  
ISO/IEC 17025 NOTE Approuvée comme EN ISO/IEC 17025

## Annexe ZA (normative)

### Références normatives à d'autres publications internationales avec les publications européennes correspondantes

Les documents suivants cités dans le texte 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).

NOTE 1 Dans le cas où une publication internationale est modifiée par des modifications communes, indiqué par (mod), l'EN/le HD correspondant(e) s'applique.

NOTE 2 Les informations les plus récentes concernant les dernières versions des Normes Européennes listées dans la présente annexe sont disponibles à l'adresse suivante: [www.cenelec.eu](http://www.cenelec.eu).

<u>Publication</u>	<u>Année</u>	<u>Titre</u>	<u>EN/HD</u>	<u>Année</u>
IEC 62321-1	2013	Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques - Partie 1: Introduction et présentation	EN 62321-1	2013
IEC 62321-2	2021	Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques - Partie 2: Démontage, défabrication et préparation mécanique de l'échantillon	EN IEC 62321-2	2021

# 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)**

## 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