

Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích –
Část 6: Polybromované bifenylly a polybromované difenylethery v polymerech metodou plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (GC-MS)

ČSN
EN 62321-6

36 9080

idt IEC 62321-6:2015

Determination of certain substances in electrotechnical products –
Part 6: Polybrominated biphenyls and polybrominated diphenyl ethers in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques –
Partie 6: Diphényles polybromés et diphényléthers polybromés dans des polymères par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS)

Verfahren zur Bestimmung von bestimmten Substanzen in Produkten der Elektrotechnik –
Teil 6: Polybromierte Biphenyl- und Diphenylether in Polymeren durch Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 62321-6:2015. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 62321-6:2015. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

S účinností od 2018-07-10 se nahrazuje příloha A normy ČSN EN 62321 (36 9080) z prosince 2009, která do uvedeného data platí souběžně s touto normou.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

První vydání ČSN EN 62321 byla jedna norma, obsahující úvod, přehled, mechanickou přípravu vzorků a postupy různých zkušebních metod. Druhé vydání ČSN EN 62321 je souborem samostatných norem. Norma ČSN EN 62321-6 zpřesňuje jeden normativní a dva informativní postupy pro stanovení polybromovaných bifenylů a polybromovaných difenyletherů v polymerech, použitých v elektrotechnických produktech. Jedná se o tyto zkušební metody: metoda plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (GC-MS), metoda hmotnostní spektrometrie s měkkými způsoby ionizace (IAMS) a metoda vysokovýkonné kapalinové chromatografie (HPLC).

Informace o citovaných dokumentech

IEC 62321:2008 zavedena v ČSN EN 62321:2009 (36 9080) Elektrotechnické výrobky – Stanovení úrovně šesti látek s omezeným používáním (olovo, rtuť, kadmium, šestimocný chrom, polybromované bifenylly, polybromované difenylethery)

IEC 62321-1:2013 zavedena v ČSN EN 62321-1:2014 (36 9080) Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích – Část 1: Úvod a přehled

IEC 62321-2:2013 zavedena v ČSN EN 62321-2:2014 (36 9080) Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích – Část 2: Demontáž, oddělení a mechanická příprava vzorku

Informativní údaje z IEC 62321-6:2015

Tuto mezinárodní normu vypracovala technická komise IEC/TC 111 *Environmentální normalizace pro elektrické a elektronické produkty a systémy*.

Toto první vydání IEC 62321-6 částečně nahrazuje IEC 62321:2008, formuluje revizi struktury normy a nahrazuje přílohu A.

Další dokumenty v řadě IEC 62321 budou postupně nahrazovat odpovídající kapitoly IEC 62321:2008. Avšak dokud nebudou publikovány všechny tyto dokumenty, zůstane norma IEC 62321:2008 v platnosti ve všech kapitolách, které ještě nebyly publikovány jako samostatné dokumenty.

Text této normy se zakládá na těchto dokumentech:

FDIS
11/368/FDIS

Zpráva o hlasování
111/379/RVD

Úplnou informaci o hlasování při schvalování této normy lze najít ve zprávě o hlasování ve výše uvedené tabulce.

Tato publikace byla vypracována v souladu se směrnicemi ISO/IEC, část 2.

Seznam všech částí souboru IEC 62321 se společným názvem *Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích* je možno nalézt na webových stránkách IEC.

Komise rozhodla, že obsah této publikace zůstane nezměněn až do data příští prověrky uvedeného na webových stránkách IEC (<http://webstore.iec.ch>) v údajích o této publikaci. K tomuto datu bude publikace buď

- znovu potvrzena;
- zrušena;
- nahrazena revidovaným vydáním, nebo
- změněna.

Vypracování normy

Zpracovatel: RNDr, Anna Christianová, IČ 11226609

Technická normalizační komise: TNK 87 Audiovizuální technika a ekodesign

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Libor Válek

EVROPSKÁ NORMA EN 62321-6
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Srpen 2015

ICS 13.020; 43.040.10 Nahrazuje EN 62321:2009 (částečně)

Stanovení některých látek v elektrotechnických výrobcích –
Část 6: Polybromované bifenylly a polybromované difenylethery v polymerech
metodou plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (GC-
MS)
(IEC 62321-6:2015)

Determination of certain substances in electrotechnical products –
Part 6: Polybrominated biphenyls and polybrominated diphenyl ethers in polymers
by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)
(IEC 62321-6:2015)

Détermination de certaines substances dans
les produits électrotechniques –
Partie 6: Diphényles polybromés et diphényléthers
polybromés dans des polymères par chromatographie
en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS)
(IEC 62321-6:2015)

Verfahren zur Bestimmung von bestimmten Substanzen
in Produkten der Elektrotechnik –
Teil 6: Polybromierte Biphenyl- und Diphenylether
in Polymeren durch Gaschromatographie-
Massenspektrometrie (GC-MS)
(IEC 62321-6:2015)

Tato evropská norma byla schválena CENELEC dne 2015-07-10. Členové CENELEC jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací uděluje status národní normy.

Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv člena CENELEC.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CENELEC do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.



Evropský výbor pro normalizaci v elektrotechnice
European Committee for Electrotechnical Standardization
Comité Européen de Normalisation Electrotechnique
Europäisches Komitee für Elektrotechnische Normung
Řídicí centrum CEN-CENELEC: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2015 CENELEC Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmkoli
prostředky
jsou celosvětově vyhrazena členům CENELEC.
Ref. č. EN 62321-6:2015 E

Členy CENELEC jsou národní elektrotechnické komitety Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska, Švýcarska a Turecka.

Evropská předmluva

Text dokumentu 111/368/FDIS, budoucí první vydání normy IEC 62321-6, který vypracovala technická komise IEC/TC 111 *Environmentální normalizace pro elektrické a elektronické produkty a systémy*, byl předložen k paralelnímu hlasování IEC-CENELEC a byl schválen CENELEC jako EN 62321-6:2015.

Jsou stanovena tato data:

- nejzazší datum zavedení dokumentu na národní úrovni
vydáním identické národní normy nebo vydáním
oznámení o schválení k přímému používání
jako normy národní (dop) 2016-04-10
- nejzazší datum zrušení národních norem,
které jsou s dokumentem v rozporu (dow) 2018-07-10

Tento dokument částečně nahrazuje EN 62321:2009.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CENELEC [a/nebo CEN] nelze činit odpovědným za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv.

Oznámení o schválení

Text mezinárodní normy IEC 62321-6:2015 byl schválen CENELEC jako evropská norma bez jakýchkoliv modifikací.

Obsah

Strana

Úvod 8

1 Rozsah platnosti 9

2 Citované dokumenty 9

3 Termíny, definice a zkratky 9

3.1 Termíny a definice 9

3.2 Zkratky 10

4 Princip 10

5 Činidla a materiály 11

6 Přístroje 11

7 Vzorkování 12

8 Postup 12

8.1 Základní instrukce k analýze 12

8.2 Příprava vzorku 12

8.2.1 Zásobní roztok 12

8.2.2 Předběžná extrakce Soxhletova extraktoru 13

8.2.3 Extrakce 13

8.2.4 Alternativní postup extrakce pro kapalné polymery 13

8.2.5 Přidání vnitřního standardu 14

8.3 Instrumentální parametry 14

8.4 Kalibranty 15

8.5 Kalibrace 16

8.5.1 Obecně 16

8.5.2 Zásobní roztok PBB (1 mg/ml pro každý kongener), PBDE (1 mg/ml pro každý kongener) a standard surogátu (1 mg/ml) 17

8.5.3 Standardní roztoky 17

9 Výpočet koncentrace PBB a PBDE 18

9.1 Obecně 18

9.2 Výpočet 18

10 Preciznost 19

10.1 Posuzování prahových hodnot 19

10.2 Opakovatelnost a reprodukovatelnost 20

11 Zaručování a řízení kvality 21

11.1 Rozlišení 21

11.2 Výkonnost 21

11.3 Mez detekce (LOD) nebo mez detekce metody (MDL) a mez kvantifikace (LOQ) 22

12 Protokol o zkoušce 23

Příloha A (informativní) Stanovení PBB a PBDE v polymerech metodou hmotnostní

spektrometrie s měkkými způsoby
ionizace (IAMS) 24

A.1 Princip 24

A.2 Činidla a materiály 24

A.3 Zařízení 24

Strana

A.4 Vzorkování 25

A.4.1 Obecně 25

A.4.2 Kvantitativní fáze 25

A.4.3 Semikvantitativní fáze 25

A.5 Postup 25

A.5.1 Obecné pokyny k analýze 25

A.5.2 Příprava vzorku 25

A.5.2.1 Obecně 25

A.5.2.2 Kvalitativní fáze 25

A.5.2.3 Semikvantitativní fáze 25

A.5.3 Instrumentální parametry 25

A.5.4 Kalibranty 26

A.5.5 Kalibrace 27

A.5.5.1 Obecně 27

A.5.5.2 Materiály standardů 27

A.6 Výpočet koncentrace PBB a PBDE 28

A.6.1 Obecně 28

A.6.2 Výpočet 28

A.6.3 Rozhodování u nejednoznačných spekter 29

A.7 Preciznost 31

A.7.1 Posuzování prahových hodnot 31

A.7.2 Opakovatelnost a reprodukovatelnost 31

A.8 Zaručování a řízení kvality 32

A.8.1 Citlivost 32

A.8.2 Výtěžnost 32

A.8.3 Slepá zkouška 32

A.8.4 Meze detekce (LOD) a meze kvantifikace (LOQ) 33

A.9 Protokol o zkoušení 33

Příloha B (informativní) Schéma zařízení IAMS 34

Příloha C (informativní) Stanovení PBB a PBDE v polymerech metodou vysokovýkonné kapalné chromatografie s ultrafialovou detekcí (HPLC-UV) 35

C.1 Princip 35

C.2 Činidla a materiály 35

C.3 Přístroje 35

C.4 Vzorkování 36

C.5 Postup 36

C.5.1 Obecné pokyny k analýze 36

C.5.2 Příprava vzorku 36

C.5.2.1 Kvalitativní extrakce 36

C.5.2.2 Semikvantitativní extrakce 36

C.5.2.2.1 Promývání Soxhletova extraktoru 36

C.5.2.2.2 Extrakce 36

Strana

C.5.3 Parametry přístroje 37

C.5.3.1 Obecně 37

C.5.3.2 Kapalná (mobilní) fáze 37

C.5.3.3 Stacionární (kolonová) fáze 37

C.5.3.4 Podmínky měření 37

C.5.4 Kalibranty 37

C.6 Kalibrace 37

C.6.1	Obecně	37
C.6.2	Standardní roztoky	37
C.7	Výpočet koncentrace PBB a PBDE	38
C.7.1	Obecně	38
C.7.2	Výpočet	38
C.8	Preciznost	39
C.8.1	Posuzování prahových hodnot	39
C.8.2	Opakovatelnost a reprodukovatelnost	39
C.9	Zaručování a řízení kvality	40
C.9.1	Výtěžnost obohacení standardu	40
C.9.2	Vnitřní kontrola vzorků a slepých vzorků	40
C.9.3	Meze detekce (LOD) a meze kvantifikace (LOQ)	40
C.10	Protokol o zkoušení	41
Příloha D	(informativní) Příklady chromatogramů za navrhovaných podmínek	42
D.1	GC-MS metoda	42
D.2	Metoda IAMS	44
D.3	Metoda HPLC-UV	47
Příloha E	(Informativní) Příklady použitelnosti zkušebních metod IAMS, HPLC a GC-MS	48
Příloha F	(informativní) Výsledky mezinárodní mezilaboratorní studie 4B (IIS4B)	49
Příloha ZA	(normativní) Normativní odkazy na mezinárodní publikace a jim odpovídající evropské publikace	53
	Bibliografie	52

Úvod

Důsledkem rychle narůstajícího množství používaných elektrotechnických výrobků je zvýšení pozornosti k jejich dopadům na životní prostředí. V mnoha zemích se tato pozornost promítla do přijetí předpisů k odpadům a ke spotřebě energie těmito výrobky.

Používání určitých látek (např. olova (Pb), kadmia (Cd) a polybromovaných difenyletherů (PBDE)) v elektrotechnických výrobcích je důvodem obezřetnosti, která je jim věnována v platných i připravovaných národních předpisech.

Účelem řady IEC 62321 je tedy poskytnout zkušební metody, které umožní elektrotechnickému průmyslu stanovit obsah některých látek v elektrotechnických výrobcích na jednotném společném

základě.

UPOZORNĚNÍ Osoby, které používají tuto mezinárodní normu, by měly být obeznámeny s běžnou laboratorní praxí. Tato norma se nezabývá všemi problémy, souvisejícími s jejím bezpečným užitím, pokud existují. Uživatel má odpovědnost za to, aby stanovil vhodné postupy bezpečné a hygienické praxe a zajistil shodu se všemi podmínkami národních předpisů.

1 Rozsah platnosti

Tato část IEC 62321 zpřesňuje jeden normativní a dva informativní postupy pro stanovení polybromovaných bifenyľů a polybromovaných difenyletherů v polymerech, použitých v elektrotechnických produktech.

Zkušební metoda plynové chromatografie s hmotnostně spektrometrickou detekcí (GC-MS) je vhodná pro stanovení bifenyľů (PBB), od monobromovaných až po dekabromované, a difenyletherů (PBDE), od monobromovaných až po dekabromované.

Přílohy A a C popisují metody, které používají hmotnostní spektrometrii s měkkými způsoby ionizace (IAMS), spojenou s přímým vstřikováním sondou (DIP) a metodu vysokovýkonné kapalinové chromatografie, spojenou s ultrafialovým detektorem s fotodiodovým polem (HPLC-PDA/UV). Tyto techniky jsou používány jako rychlé kvalitativní nebo semikvantitativní metody, ale mají svá omezení, k nimž patří interference nebo počet nebo typy PBB a PBDE sloučenin, které jimi mohou být stanoveny.

Technika vysokovýkonné kapalinové chromatografie je omezena na stanovení technických směsí dekabromovaného difenyletheru, oktabromovaného difenyletheru, dekabromovaného bifenyľu a oktabromovaného bifenyľu technických zpomalovačů hoření. Nebylo hodnoceno stanovení dalších PBB nebo PBDE.

Bylo hodnoceno použití těchto metod na PS-HI (vysoce houževnatý polystyren) a PC/ABS (směs polykarbonátu a akronitril-butadien-styrenu) s obsahem jednotlivých PBDE mezi 20 mg/kg až 2 000 mg/kg a celkovým obsahem PBDE mezi 1 300 mg/kg až 5 000 mg/kg, jak je to znázorněno v této normě včetně přílohy F. Nebylo hodnoceno použití těchto metod na jiných typech polymerů, jiných sloučeninách PBB nebo PBDE nebo v jiných rozmezích koncentrace, než bylo výše uvedeno.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.