

Аналитические методы для измерения содержания свинца в краске

Модифицировано из модуля С.ii.

Свинцовый инструментарий Альянса по краскам
для установления законов по контролю за
использованием свинца в краске

Нормативные требования к измерению содержания свинца в краске

- Правила применения свинца в **новых красках** часто выражается в процентном содержании свинца в сухой краске (% , ррт, мг/кг).
- Правила применения свинца на **уже окрашенных поверхностях** обычно выражается в количестве свинца на единицу площади (мг/см²).

⇒ ПРИМЕЧАНИЕ: Стандартный коэффициент пересчета между ррт и мг/см² не предусмотрен.

Методы и единицы измерения результатов испытаний

Выбор аналитического метода зависит от цели исследования, например

- Подложка: Новая или старая краска; концентрация по объему (ppm) или площади поверхности (мг/см²)
- Пределы обнаружения: Какой ожидается диапазон уровней свинца
- Бюджет

Два основных варианта

- Лабораторный анализ (различные виды)
- Портативный анализ (рентгеновская флуоресценция (рентгеновская флуоресценция))
 - Портативный рентгеновский фотоаппарат
 - Портативный рентгеновский фотоаппарат высокой четкости (HDXRF)

Пределы обнаружения

= Минимальный уровень свинца, который вы можете измерить с высокой степенью уверенности.

- Пределы обнаружения определяются следующими решениями
 - Метод: неотъемлемые свойства метода
 - Количество краски в образце
- Как правило, чем ниже предел обнаружения, тем выше цена.

⇒ ПРИМЕЧАНИЕ: Более низкие пределы обнаружения не означают снижение надежности теста.

⇒ Ключевой вопрос: какой предел обнаружения является

лабораторный анализ

Стандартные процедуры включают в себя два этапа

1. Подготовка образцов

1. (новая) Жидкая краска - нанести на поверхность, а затем соскрести;

2. существующая краска соскрести немного с

1.



Фото: Коалиция за утилизацию отходов EcoWaste Coalition/IPEN

2.



Фото на сайте <https://www.epa.gov/сайты/производство/файлы/документы/рисунки.pdf>

Методы лабораторного анализа

Ниже приводятся три наиболее часто используемых метода



Более высокий предел
обнаружения

1. Атомно-атомно-абсорбционная спектрометрия пламени Спектрометрия пламени (FAAS)
2. Атомно-абсорбционная спектрометрия графитовых печей (GFAAS)
3. Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС)



Более высокая цена

Лабораторный анализ: Вопросы качества

- Обученный персонал и хорошие процедуры обеспечения качества имеют важное значение для обеспечения точности и надежности результатов
- Лаборатория должна участвовать в программе квалификационного тестирования, например, в программе экологического свинцового анализа (ЭЛПАТ) (ссылка 2).
- Существуют международные стандарты подготовки и анализа проб (см. следующие слайды).

Международные стандарты

- Обычно доступно через национальные агентства по стандартизации
- Стандарты ISO на краску:
<https://www.iso.org/committee/47962.html>
- Стандарты краски ASTM:
<https://www.astm.org/Standards/paint-and-related-coating-standards.html>
- Конкретные стандарты для измерения содержания свинца в краске в готовящихся слайдах и звеньях на завершающей стадии разработки

Международные стандарты подготовки проб

- **ISO 1513**, Краски и лаки - Исследование и подготовка образцов для испытаний (ссылка 3)
- **ASTM E1645-01**, Практика подготовки высушенных образцов краски с помощью плиты или микроволнового разложения для последующего анализа свинца (ссылка 4)
- **Стандарт ASTM E1979-12**, Практика ультразвуковой экстракции образцов краски, пыли, почвы и воздуха для последующего определения содержания свинца (ссылка 5)

Международные стандарты для методов испытаний

- **ISO 6503**, Краски и лаки - Определение общего содержания свинца - пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод (для измерения концентрации свинца от 0,01% до 2,0%) (ссылка 6)
- **ASTM D3335-85a(2014)**, Стандартный метод испытания для низких концентраций свинца, кадмия и кобальта в краске методом атомной абсорбционной спектроскопии (для измерения концентрации свинца от 0,01% до 5,0%) (ссылка 7)
- **ASTM E1613-12**, Стандартный метод испытания для определения содержания свинца методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС), атомной спектрометрии пламени (FAAS) или атомной адсорбционной спектрометрии графитовых печей (GFAAS) (измерение концентрации свинца зависит от аналитической методики) (пункт 8).

Соображения при выборе лаборатории

- Опыт лаборатории в области анализа свинцовых красок
- Аккредитация на основе признанной системы квалификационного тестирования
- использование аналитических методов (например, ФААС, ГФААС, МСП-АЕС).
- Предел обнаружения
- Затраты на один образец, включая любые транспортные расходы
- Конкретные требования к пробам, которые могут предъявляться к отобранной лаборатории
- Время разворота

Портативный анализ: Портативный рентгеновский флуоресцентный анализ высокой четкости.

- Новая технология, позволяющая измерять очень низкие концентрации свинца.
- Концентрация свинца может быть выражена в виде ppm или мг/см²
- Подходит для испытания новых красок на соответствие нормативам
- При отборе проб новой краски, образцы должны быть подготовлены на безметаллической однородной подложке, например, дерево
- Но: очень мало моделей доступны, дорогие для покупки.

(Информацию о стандартном портативном рентгеновском аппарате см. на последующих слайдах)

Существующие окрашенные поверхности: Опции для измерения содержания свинца

1. Лабораторный анализ (за пределами площадки)
2. Портативный рентгеновский флуоресцентный анализ (РРФ) (на месте)

Вариант 1: Лабораторный анализ для существующих окрашенных поверхностей

- Пробы должны отбираться квалифицированным персоналом для обеспечения адекватности отбора проб.
- При взятии образца стружки краски с окрашенной поверхности:
 - краска должна быть удалена с подстилающего материала, т.е. необходимо повредить окрашенную поверхность.
 - важно удалить точно измеренную область краски.
- Образец краски перед анализом должен быть подготовлен (например, путем сбраживания кислотой).
- Лабораторный анализ занимает больше времени, чем анализ на месте.

Вариант 2: Портативный рентгеновский фотоаппарат

- Использует источник излучения или рентгеновскую трубку для обнаружения и измерения свинца (следует соблюдать меры предосторожности по обеспечению радиационной и рентгеновской безопасности).
- Должен использоваться обученным оператором для обеспечения надежных результатов.
- Не все рентгеновские фотоаппараты пригодны для использования для измерения содержания свинца - проверка перед использованием.
- Оборудование относительно дорогостоящее, но более практично для того.



Вариант 2: Портативный рентгеновский фотоаппарат

- (продолжение) Исходящая поверхность не нуждается в повреждении.
- Результаты доступны немедленно
- Хорошая точность при использовании квалифицированным оператором, хотя погрешность и выше, чем при использовании лабораторных методов.
- Может использоваться только на гладких, ровных поверхностях.
- Подходит для сухой краски, но не влажной краски.

Резюме

- Выбор аналитического метода для измерения содержания свинца в краске зависит от многих факторов, таких как причина проведения анализа, количество образцов, ограничения по стоимости, необходимость точных измерений и т.д.
- Для новых красок доступны три хороших лабораторных метода, которые различаются по стоимости и уровню обнаружения.
- Для существующих окрашенных поверхностей методы измерения включают внеплощадочные лабораторные анализы плюс два испытания на месте, которые отличаются по стоимости и точности.
- Более подробная информация по адресу

Ссылки

2. Ведущая программа по проведению экологического анализа (ЭЛПАТ) (<https://www.aihapat.org/Programs/ELPAT/Pages/default.aspx>, accessed 25 July 2017).
3. ASTM D3335-85a (2014), Стандартный метод испытаний для низких концентраций свинца, кадмия и кобальта в краске методом атомной абсорбционной спектроскопии, ASTM International, West Conshohocken, PA (<http://www.astm.org/Standards/D3335.htm>, accessed 25 июля 2017).
4. ASTM E1613-12, Стандартный метод испытания для определения содержания свинца методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС), атомной абсорбционной спектрометрии пламени (FAAS) или графитовой печи (GFAAS), ASTM International, West Conshohocken, PA (<http://www.astm.org/Standards/E1613.htm>, 2011), accessed 25 July
5. ASTM E1645-01 (2007), Стандартная практика подготовки сухих образцов краски методом горячего сбраживания или микроволнового сбраживания для последующего анализа свинца, ASTM International, West Conshohocken, PA (<http://www.astm.org/Standards/E1645.htm>, accessed 25 July 2017).

Ссылки (продолжение)

6. ASTM E1979-12, Стандартная практика ультразвуковой экстракции образцов краски, пыли, почвы и воздуха для последующего определения содержания свинца, ASTM International, West Conshohocken, PA (<http://www.astm.org/Standards/E1979.htm>, accessed 25 July 2017).
7. ISO 1513:2010, Краски и лаки - Исследование и подготовка тестовых образцов (имеется на английском, русском и французском языках).
(http://www.iso.org/iso/iso_catalogue/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=50490, accessed 25 July 2017)
8. ISO 6503:1984, Краски и лаки - Определение общего содержания свинца - Спектрометрический метод атомной абсорбции пламени (доступно на английском и французском языках)
(http://www.iso.org/iso/iso_catalogue/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=12880, accessed 25 июля 2017 года)

Дополнительная информация

Краткое руководство по аналитическим методам измерения содержания свинца в краске (имеется на английском, испанском, китайском, французском и французском языках). Женева: Всемирная организация здравоохранения; 2011 год (http://www.who.int/ipcs/assessment/public_health/lead/en, accessed 25 July 2017).