

Available Lead Paint Test Methods and Laboratories to Support Lead Paint Compliance and Enforcement

Angela Bandemehr

US Environmental Protection Agency

12 September 2019, Tbilisi, Republic of Georgia

Outline

- ▶ Drivers for Development of Lead Paint Testing
- ▶ Objectives of Lead Paint Testing
- ▶ Key Technical Considerations
- ▶ Overview of Test Methods
 - ▶ Laboratory Methods
 - ▶ Laboratory quality and proficiency
 - ▶ Existing Commercial Lead Lab Networks
 - ▶ Portable (XRF) Methods
- ▶ References
- ▶ Additional Information

Driver: Regulations

- ▶ In the US, paint-related regulations have driven the development of lead paint monitoring and detection options, including:
 - ▶ Sampling and test methods
 - ▶ Laboratory instrumentation
 - ▶ Portable sampling instrumentation
 - ▶ Network of commercial lead labs
- ▶ These analysis methods and network are available to implement compliance and enforcement mechanisms for laws in other countries

Driver: Compliance and Enforcement Mechanisms in the Lead Paint Model Law

- ▶ Requires manufacturers and importers to:
 - ▶ submit samples of paint to a **third-party laboratory** accredited under international standards for testing for compliance with the 90 ppm total lead limit.
 - ▶ issue a **'declaration of conformity'**, stating that their paint product or similar coating material complies with the 90 ppm total lead limit.
- ▶ Authorizes government agents to:
 - ▶ enter a location to **inspect and test** paints to assess compliance with the law.

Objectives of Lead Paint Testing

- ▶ Paint Manufacturer and Importer – certification of compliance with lead paint limit
 - ▶ **Third-party certification:** Access to internationally accredited labs that can conduct third-party certification of paint to a 90 ppm lead limit
 - ▶ Data provides basis for issuing a Declaration of Conformity
- ▶ Government – screening or testing for compliance with lead paint limit
 - ▶ **Testing:** Access to labs or select portable analysis technology to test for compliance with 90 ppm limit.
 - ▶ **Screening (optional):** Access to lab or portable methods to determine need for further testing

Key Technical Considerations: Preparation of Paint Sample

- ▶ For **all** analysis options, the paint must be applied to a surface and dried prior to sampling or analysis
 - ▶ Cannot sample paint in the paint can directly
 - ▶ Liquid paint is more difficult to send in the mail
 - ▶ International standard available
 - ▶ Process:
 1. Apply paint to a non-metal surface (e.g., wood stick or glass slide) and let dry;
 2. For lab analysis: Scrape off, collect and send to lab
- OR
- For portable analysis: Use portable XRF to measure lead on the painted surface

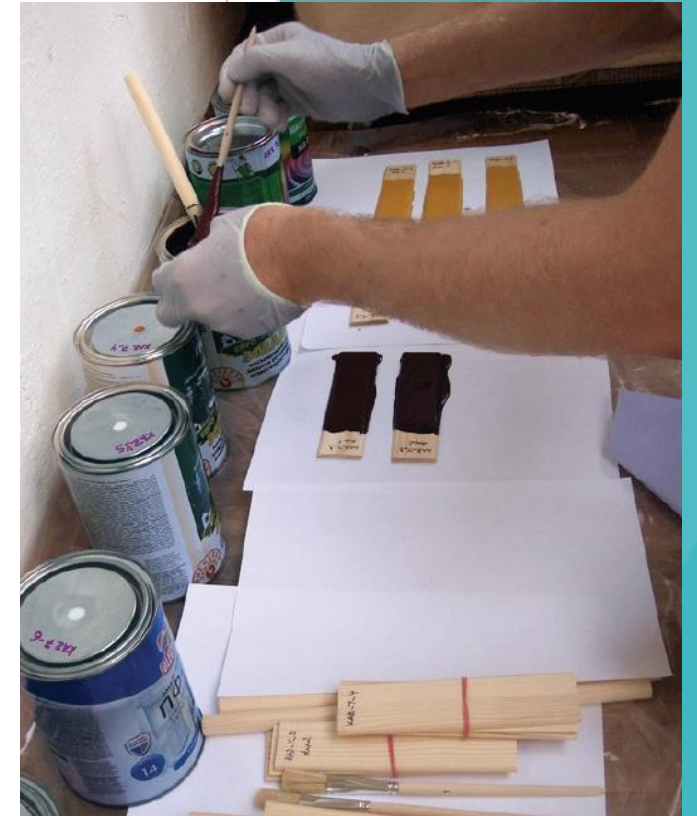


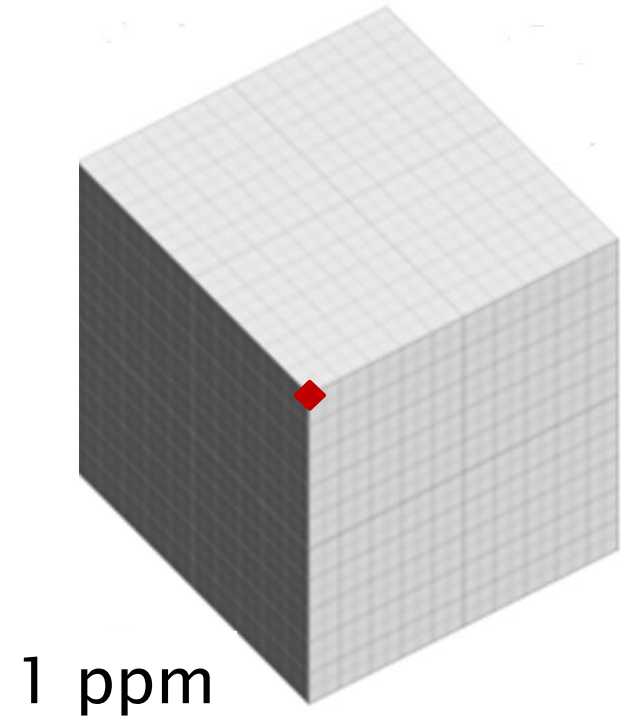
Photo credit: Greenwomen/IPEN

Key Technical Considerations: Detection Limits

- ▶ The minimum level of lead you can measure with a high level of confidence
- ▶ Detection limits are decided by
 - ▶ The method: inherent properties of method
 - ▶ The amount of paint in sample
- ▶ Typically the lower the detection limit the higher the price
- ▶ The Lead Paint Model Law regulatory limit is 90 ppm or less
 - ▶ Certification and testing - detection limit needs to be lower than 90 ppm
 - ▶ Screening - detection limit can be at 90 ppm
- ▶ **Key question:** what limit of detection is sufficient?

Key Technical Considerations: Unit of Measurement

- ▶ The Lead Paint Model Law recommended regulatory limit is 90 parts per million (ppm)
- ▶ All laboratory methods report results in ppm
- ▶ Not all portable method report results in ppm
 - ▶ sometimes units only report in lead per unit area (mg/cm^2), which is not the same.
 - ▶ There is no conversion factor between ppm and mg/cm^2
- ▶ ppm is a concentration measurement
- ▶ mg/cm^2 is a surface area measurement
 - ▶ DO NOT USE THIS UNIT



mg/cm^2



How to Choose a Testing Option

- ▶ The choice of testing option depends on the objective: third-party certification, testing or screening
 - ▶ **Third-party certification:** high level of accuracy and reproducibility required, low detection limit (lower than 90 ppm) required, results report in ppm
 - ▶ **Testing:** accuracy and reproducibility desired, low detection limit desired, results reported in ppm, may be needed quickly
 - ▶ **Screening:** time may be important, accuracy or detection limit not as important
- ▶ Two main options
 - ▶ **Laboratory analysis (various types)** - samples sent to a lab
 - ▶ **Portable analysis (X-ray fluorescence (XRF))** - can be done in the field
 - Conventional Portable XRF
 - High definition portable XRF (HDXRF)

How to Choose a Testing Option (continued)

▶ Portable analysis (X-ray fluorescence (XRF))

- Conventional Portable XRF - screening
 - Available immediately
 - Often high detection limit (over 90 ppm)
 - Can be used for screening
 - Check to see if report results in ppm
- High definition portable XRF (HDXRF) – screening and testing
 - Available immediately
 - Low detection limit (below 90 ppm)
 - Reports results in ppm
 - Can be used to test for compliance
 - International standard

▶ Laboratory analysis (various types)

- ▶ Third-party certification and testing
- ▶ Accreditation
- ▶ Existing lead lab network
- ▶ Lower detection limits (below 90 ppm)
- ▶ Appropriate measurement units (ppm)
- ▶ International standards

Laboratory Analysis Methods

Three commonly used methods, all sensitive enough to measure levels of lead below 90 ppm.*



Higher limit of detection

1. Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS)
2. Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS)
3. Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)



Higher price

* Can sample multiple analytes

Lab Analysis Methods: Considerations when choosing a laboratory

- ▶ Laboratory's experience in lead paint analysis
- ▶ Accreditation through a recognized proficiency testing scheme
- ▶ Analytical methods used (e.g. FAAS, GFAAS, ICP-AES)
- ▶ Limit of detection
- ▶ Costs per sample, including any shipping costs
- ▶ Specific sample requirements that the chosen laboratory may have
- ▶ Turn-around time

Laboratory Analysis Methods: Quality considerations

- ▶ Trained personnel and good quality assurance procedures are essential to ensure accuracy and reliability of results
- ▶ Laboratory should be accredited to conduct analyses by an international or national accreditation program or body, e.g., ISO/ IEC 17025 by the International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC)
- ▶ International standards exist for sample preparation and analysis

International Standard for Laboratory Competence is Available - ISO/IEC 17025

- ▶ Developed by the International Standards Organization with the International Electrotechnical Commission (IEC) and updated in 2017
- ▶ Enables laboratories to demonstrate that they operate competently and generate valid results, thereby promoting confidence in their work both nationally and around the world.
- ▶ Facilitates cooperation between laboratories and other bodies by generating wider acceptance of results between countries.
 - ▶ Test reports and certificates can be accepted from one country to another without the need for further testing, which, in turn, improves international trade.
- ▶ ISO/IEC 17025 was developed by laboratory experts from all over the world, along with 18 liaison organizations, such as ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation).
- ▶ Global network of ILAC-accredited labs, see: <https://ilac.org/>

Existing Commercial Lead Lab Network: Environmental Lead Proficiency Analytical Testing (ELPAT) Program

- ▶ The American Industrial Health Association operates the ELPAT Program that prepares environmental lead-in-paint, lead-in-soil, and lead-in-dust performance evaluation materials, providing them to more than 250 laboratories around the world on a quarterly basis
- ▶ ELPAT measures proficiency in lead analyses
- ▶ ELPAT labs form a network of labs for lead analysis
 - ▶ Current Non-US ELPAT labs: Australia (3), Canada (1), France (1), Japan (2), Korea (3)
- ▶ **ELPAT labs may work with clients in any country**

ELPAT Labs – Partial List

Organization Name	PAT ID Number	PAT Proficiency Program	Analyte Class	Primary Contact Name	City	State/Province	Country
C.A. Labs	PAT-155305	Environmental Lead (ELPAT)	Paint	(225) 751-5632 - Christopher Williams	Baton Rouge	LA	USA
NANO LABO	265175	Environmental Lead (ELPAT)	Dust	011-40-91-44-36 - Stephanie Laparra	FRESNES		FRA
EMG Company	PAT-157126	Environmental Lead (ELPAT)	Paint	(714) 893-5166 - John Pham	Westminster	CA	USA
Exova, Inc.	PAT-101647	Environmental Lead (ELPAT)	Dust	(562) 948-2225 ext. 70107 - Lorraine Jack Shelton	Santa Fe Springs	CA	USA
Exova, Inc.	PAT-101647	Environmental Lead (ELPAT)	Paint	(562) 948-2225 ext. 70107 - Lorraine Jack Shelton	Santa Fe Springs	CA	USA
Apex Research	PAT-227441	Environmental Lead (ELPAT)	Dust	(734) 449-9990 - Robert Letarte	Whitmore Lake	MI	USA
Wonjin Institute for Occupational and Env. Health	PAT-152200	Environmental Lead (ELPAT)	Dust	011-82-10-6317 - Choi Inja	Seoul		KOR
Wonjin Institute for Occupational and Env. Health	PAT-152200	Environmental Lead (ELPAT)	Soil	011-82-10-6317 - Choi Inja	Seoul		KOR
Wonjin Institute for Occupational and Env. Health	PAT-152200	Environmental Lead (ELPAT)	Paint	011-82-10-6317 - Choi Inja	Seoul		KOR

[https://online.aihapat.org/patssa/f?p=AIHASSA:](https://online.aihapat.org/patssa/f?p=AIHASSA) (search for ‘ELPAT Laboratories’)

US Consumer Product Safety Commission-Approved Laboratories

Lab Name	Location
ICT Lab Taicang	Taicang
WT Testing Services Limited(Guangdong) (formerly shown as AJT TECHNICAL Co., Limited Guangdong))	Shantou
ACL (Shenzhen)	Shenzhen
Bureau Veritas Consumer Product Services Vietnam Ltd	Ho Chi Minh Vietnam
Bureau Veritas Consumer Products Services India	Noida, U
Bureau Veritas Consumer Products Services Shanghai Co., Ltd.	Minhang
Bureau Veritas Consumer Products Services Shanghai Co., Ltd. - Qingdao Branch	Qingdao
Bureau Veritas Consumer Products Services, Inc - Buffalo	Buffalo,
Bureau Veritas Hong Kong Limited - Kowloon Bay Office	Kowloon
Centro Tecnológico do Calçado de Portugal	São João
MA Testing and Certification Laboratories (Shenzhen) Limited-(Yubiao)	Shenzhen

- ▶ Labs located in Asia, Europe, North America, South America
- ▶ Approved for testing under CPSC lead paint regulation
- ▶ Verify if can analyze for lead in paint coatings

<https://www.cpsc.gov/cgi-bin/LabSearch/SearchResult.aspx?ReqId=P16fj8myQYAHhfUuXukqEQ%3d%3d>

International standards for Laboratory Analysis Methods are Available

- ▶ Typically available through National Standard Agencies
- ▶ ISO paint analysis standards:
<https://www.iso.org/committee/47962.html>
- ▶ ASTM paint analysis standards:
<https://www.astm.org/Standards/paint-and-related-coating-standards.html>
- ▶ Specific standards for measuring lead in paint in “References” and the “Additional Information” sections of presentation
 - ▶ ISO and ASTM standards for sample preparation and analysis in the laboratory

A close-up photograph of a person's hands holding a grey and blue portable X-ray fluorescence (XRF) analyzer. The device has a handle and a control panel with several yellow indicator lights. The person is looking down at the device. The background is blurred.

Portable XRF Analysis Methods

1. Conventional X-ray Fluorescence (XRF) Analysis*
2. High Density XRF (HDXRF) Analysis*

* Can sample multiple analytes

Conventional XRF Analysis

- ▶ Uses a radiation source or x-ray tube to detect and measure lead (radiation and x-ray safety precautions should be followed)
- ▶ Should be used by a trained operator to ensure reliable results
- ▶ Not all XRF devices are suitable for measuring lead in paint, some do not report ppm – check before using
- ▶ For sampling new paint, samples should be prepared on a metal free homogeneous surface, e.g. wood or glass
- ▶ May be suitable mainly for screening for high levels of lead in paint but results available immediately
- ▶ Able to sample other analytes.
- ▶ No international standard for new paint analysis



High-Definition XRF (HDXRF) Analysis

- ▶ Also known as Energy Dispersive XRF (EDXRF)
- ▶ Relatively new technology using optics to enable measurement very low concentrations of lead
- ▶ Comparable results to laboratory methods
- ▶ Suitable for compliance testing of new paints
 - ▶ Approved testing alternative to lab methods in the US . ASTM F2853-10
- ▶ For sampling new paint, samples should be prepared on a metal free homogeneous surface, e.g. wood or glass
- ▶ Lead measurement reported as ppm
- ▶ Very few models available, expensive to buy
- ▶ Able to sample other analytes

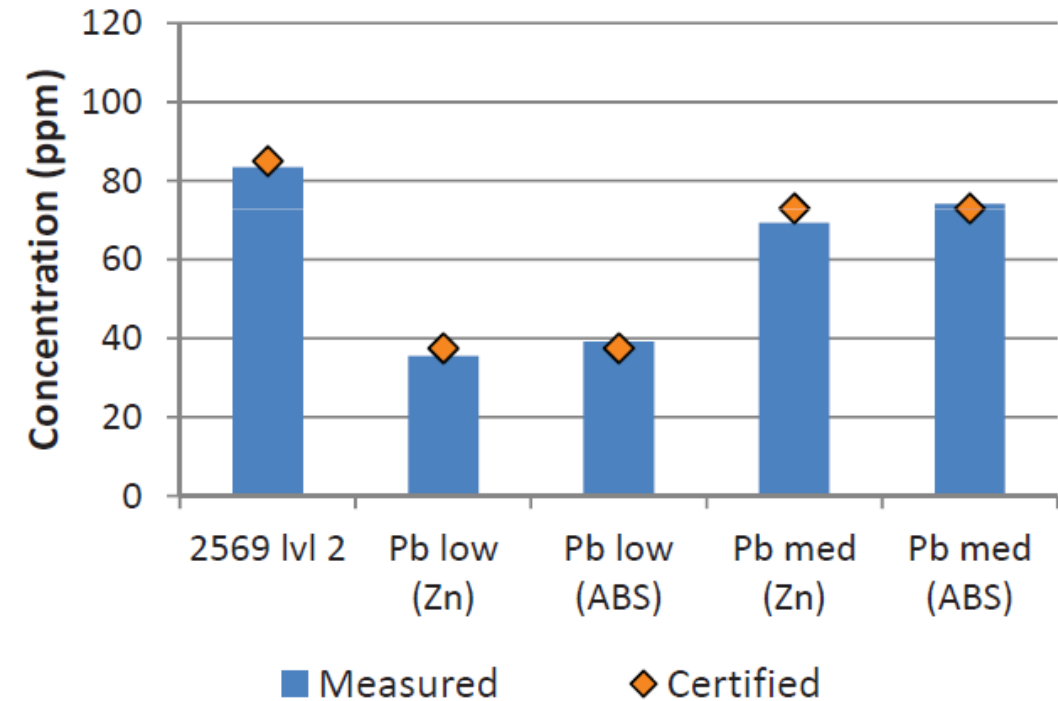


Figure 3: Certified lead values compared to average values obtained by HD Prime, powered by HDXRF.

Comparison of Lab vs. XRF Analysis Methods

Both

- Require drying of paint on a non-metal substrate
- Trained personnel needed for sampling and analysis

Portable XRF Analysis

- Quick results
- May be less expensive
- Screening - detection limit for some XRFs may be higher
- Testing for compliance – HDXRF
- Check to make sure results reported in ppm
- Medium level of training
- International standard for HDXRF

Laboratory analysis

- Takes additional time compared to XRF analysis
- More expensive
- More accurate results
- Testing for compliance
- Third-party certification
- Always report in ppm
- High level of training
- ISO/ASTM standards
- ELPAT labs

Summary

- ▶ Regulations drive development of lead paint test methods, technologies and lab networks
- ▶ Lead paint testing is a key enforcement and compliance tool in the Lead Paint Model Law
- ▶ Choice of testing option depends on objectives
- ▶ Analysis methods include laboratory methods and field sampling methods that vary in cost and accuracy
- ▶ Lead paint test methods, technologies and labs available
- ▶ Existing international standards for lab competency, sampling and testing

References

International Standard for Lab Competency and Proficiency Program

- ▶ ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. (<https://www.iso.org/standard/66912.html> , accessed 27 August 2019)
- ▶ Environmental Lead Proficiency Analytical Testing (ELPAT) programme (<https://www.aihapat.org/Programs/ELPAT/Pages/default.aspx>, accessed 19 August 2019)
- ▶ List of ELPAT laboratories: <https://online.aihapat.org/patssa/f?p=AIHASSA:> (search for 'ELPAT Laboratories')

References

International Standards for Sample Preparation

- ▶ ISO 1513:2010, Paints and varnishes - Examination and preparation of test samples (available in English, French and Russian). (http://www.iso.org/iso/iso_catalogue/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=50490, accessed 25 July 2017)
- ▶ ASTM E1645-01 (2007), Standard Practice for Preparation of Dried Paint Samples by Hotplate or Microwave Digestion for Subsequent Lead Analysis, ASTM International, West Conshohocken, PA (<http://www.astm.org/Standards/E1645.htm>, accessed 25 July 2017)
- ▶ **ASTM E1979-17**, Standard Practice for Ultrasonic Extraction of Paint, Dust, Soil, and Air Samples for Subsequent Determination of Lead. <https://www.astm.org/Standards/E1979.htm>

References

International standards for laboratory test methods

- ▶ ISO 6503:1984, Paints and varnishes - Determination of Total Lead - Flame Atomic Absorption Spectrometric Method (available in English and French) (http://www.iso.org/iso/iso_catalogue/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=12880, accessed 25 July 2017)
- ▶ ASTM D3335-85a (2014), Standard Test Method for Low Concentrations of Lead, Cadmium, and Cobalt in Paint by Atomic Absorption Spectroscopy, ASTM International, West Conshohocken, PA (<http://www.astm.org/Standards/D3335.htm>, accessed 25 July 2017)
- ▶ ASTM E1613-12, Standard Test Method for Determination of Lead by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES), Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS), or Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS) Techniques, ASTM International, West Conshohocken, PA (<http://www.astm.org/Standards/E1613.htm>, accessed 25 July 2017)

References

International Standard for Portable HDXRF Test Method

- ▶ ASTM F2853-10, Standard Test Method for Determination of Lead in Paint Layers and Similar Coatings or in Substrates and Homogenous Materials by Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry Using Multiple Monochromatic Excitation Beams <http://www.astm.org/Standards/F2853.htm>

General References

- ▶ Brief guide to analytical methods for measuring lead in paint (available in Chinese, English, French and Spanish). Geneva: World Health Organization; 2011 (http://www.who.int/ipcs/assessment/public_health/lead/en, accessed 25 July 2017).
- ▶ Global Alliance to Eliminate Lead Paint - Toolkit for Regulating Lead Paint: Module on Analytical Methods for Measuring Lead Paint (https://wedocs.unep.org/bitstream/handle/20.500.11822/21469/Module%20Cii%20anal%20methods%20paint%20v14%20July_17.pdf?sequence=1&isAllowed=y)

Additional Information



Sample preparation for Laboratory Analysis

- ▶ Once received by the lab, the paint sample is prepared for analysis by acid digestion in a hot bath or microwave

Flame Atomic Absorption Spectrometer



- ▶ Easy to use / moderate cost
- ▶ Special gases
- ▶ Detection limit depends on sample preparation

Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometer



- ▶ Skilled technician
- ▶ Special gases
- ▶ Can analyze small samples
- ▶ Can run large number of samples

Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer



- ▶ Highly skilled technician
- ▶ Low detection limit
- ▶ Multiple elements / small sample
- ▶ Isotope ratio

Доступные методы испытаний и лаборатории по анализу содержащей свинец краски с целью содействия соблюдению и обеспечению выполнения правил

Анжела Бандемер

Агентство по охране окружающей среды США

12 сентября 2019 года, Тбилиси, Республика Грузия

Краткий обзор

- ▶ Стимулы к разработке методов испытаний содержащей свинец краски
- ▶ Цели испытания содержащей свинец краски
- ▶ Ключевые технические аспекты
- ▶ Обзор методов испытаний
 - ▶ Лабораторные методы
 - ▶ Качество и компетентность лаборатории
 - ▶ Существующие коммерческие сети лабораторий по испытанию содержащей свинец краски
 - ▶ Портативные методы (РФА)
- ▶ Ссылки
- ▶ Дополнительная информация

Стимул: правила

- ▶ В США правила по лакокрасящим изделиям привели к разработке способов мониторинга и обнаружения содержащей свинец краски, включая:
 - ▶ Отбор проб и методы испытаний
 - ▶ Лабораторное оборудование
 - ▶ Портативные приборы для отбора проб
 - ▶ Сеть коммерческих лабораторий по содержащей свинец краске
- ▶ Эти методы анализа и сеть доступны для реализации механизмов соблюдения и обеспечения выполнения законов в других странах.

Стимул: механизмы соблюдения и обеспечения выполнения в Типовом законе о содержащей свинец окраске

- ▶ Требует от производителей и импортеров:
 - ▶ отправлять образцы краски **сторонней лаборатории**, аккредитованной согласно международным стандартам, для испытания на соответствие пределу общего содержания свинца в 90 мг;
 - ▶ оформлять «декларацию о соответствии» того, что их лакокрасочная продукция или аналогичные материалы для покрытия соответствуют пределу общего содержания свинца в 90 мг.
- ▶ Дает полномочия государственным служащим:
 - ▶ посещать места с целью проведения **проверки и испытания** красок для оценки соблюдения закона.

Цели испытания содержащей свинец краски

- ▶ Производитель и импортер краски – сертификация соответствия пределу содержания свинца в краске
 - ▶ **Сертификация третьей стороной:** Доступ к международно аккредитованным лабораториям, которые могут проводить стороннюю сертификацию краски с пределом содержания свинца в 90 мд
 - ▶ Данные служат основой для выдачи Декларации о соответствии
- ▶ Правительство – скрининг или испытание на соответствие пределу содержания свинца в краске
 - ▶ **Испытание:** доступ к лабораториям или выбор портативной технологии анализа для проверки на соответствие пределу 90 мд
 - ▶ **Скрининг (при необходимости):** доступ к лабораторным или переносным методам для определения необходимости дальнейшего испытания

Ключевые технические аспекты: подготовка образцов краски

- ▶ При **всех** способах анализа, краска должна быть нанесена на поверхность и высушена до отбора проб или анализа
 - ▶ Нельзя пробовать краску непосредственно в ее банке
 - ▶ Жидкую краску сложнее отправлять по почте
 - ▶ Доступен международный стандарт
- ▶ Обработка:
 1. Нанесите краску на неметаллическую поверхность (например, деревянный брусок или стеклянную пластину) и дайте высохнуть;
 2. Для лабораторного анализа: соскрести, собрать и отправить в лабораторию

ИЛИ

Для портативного анализа: используйте портативный прибор РФА для измерения свинца на окрашенной поверхности

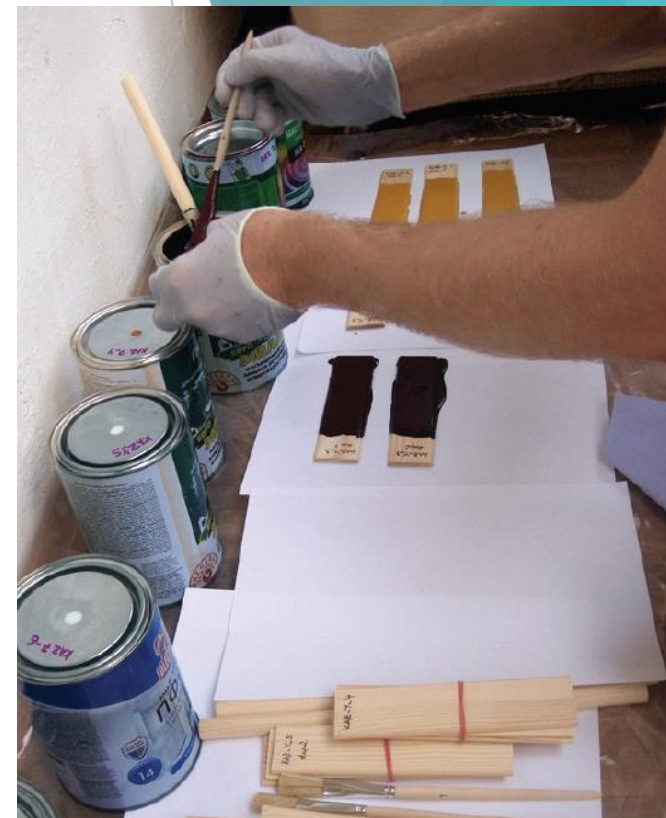


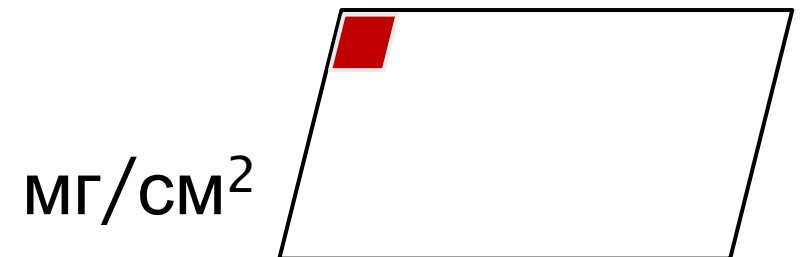
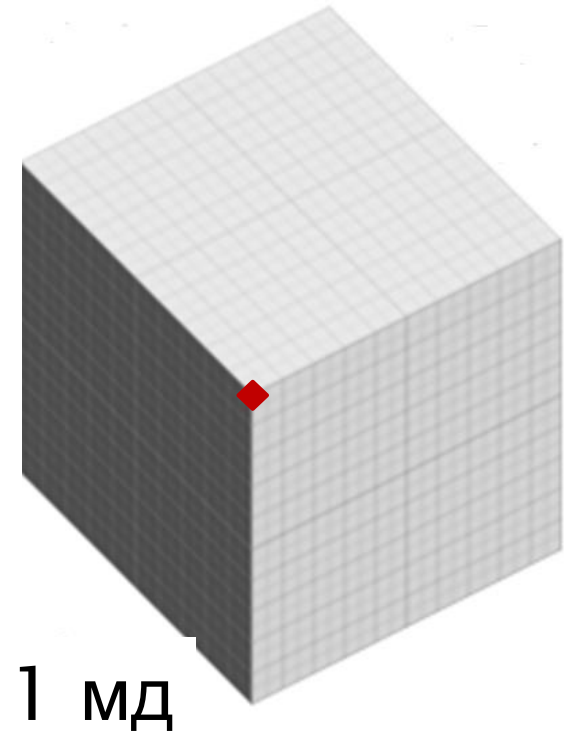
Фото предоставлено:
Greenwomen/Международная
сеть по борьбе с загрязнением
(IPEN)

Ключевые технические аспекты: пределы обнаружения

- ▶ Минимальный уровень свинца, который вы можете измерить с высокой степенью уверенности
- ▶ Пределы обнаружения определяются на основе
 - ▶ метода (неотъемлемые свойства метода)
 - ▶ количества краски в пробе
- ▶ Как правило, чем ниже предел обнаружения, тем выше цена
- ▶ Нормативный предел содержания свинца в краске согласно типовому закону составляет 90 мд или меньше
 - ▶ Сертификация и тестирование – предел обнаружения должен быть ниже 90 мд
 - ▶ Скрининг – предел обнаружения может составлять 90 мд
- ▶ **Ключевой вопрос:** какой предел обнаружения достаточен?

Ключевые технические аспекты: единица измерения

- ▶ Рекомендованный нормативный предел свинца в краске по типовому закону – 90 частей на миллион (мд)
- ▶ Все лабораторные методы предоставляют результаты в мд
- ▶ Не все отчеты о портативных методах представляются в мд
 - ▶ Иногда единицы измерения выражают только содержание свинца на единицу площади ($\text{мг}/\text{см}^2$), что не является одним и тем же
 - ▶ Нет коэффициента пересчета между мд и $\text{мг}/\text{см}^2$
- ▶ мд – измерение концентрации
- ▶ $\text{мг}/\text{см}^2$ – измерение площади поверхности
 - ▶ Не используйте эту единицу измерения



Как выбрать способ испытания

- ▶ Выбор способа испытания зависит от цели: сертификация третьей стороной, испытание или скрининг
 - ▶ **Сертификация третьей стороной:** требуется высокий уровень точности и воспроизводимости результатов, а также низкий предел обнаружения (ниже 90 мд); отчет о результатах – в мд
 - ▶ **Испытание:** точность, воспроизводимость и низкий предел обнаружения желательны; может быть необходимость в немедленном получении результатов в мд
 - ▶ **Скрининг:** важным может быть время; точность или предел обнаружения не так важны
- ▶ Два основных способа
 - ▶ **Лабораторный анализ (различные виды)** – пробы отправляются в лабораторию
 - ▶ **Портативный анализ (Рентгенофлуоресцентный анализ, РФА)** – может проводиться на месте
 - Обычный портативный метод РФА
 - Портативный метод РФА высокого разрешения (HDXRF)

Как выбрать способ испытания (продолжение)

▶ Портативный анализ (Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА)) ▶

- Обычный портативный метод РФА – скрининг
 - Легкодоступный
 - Часто высокий предел обнаружения (более 90 мд)
 - Может использоваться для скрининга
 - Необходимо проверить, подсчитываются ли результаты отчета в мд
- Портативный метод РФА высокого разрешения (РФАВР) – скрининг и испытание
 - Легкодоступный
 - Низкий предел обнаружения (ниже 90 мд)
 - Результаты отчетов подсчитываются в мд
 - Может быть использован для проверки на соответствие

- Международный стандарт

▶ Лабораторный анализ (различные виды)

- ▶ Сертификация и испытание третьей стороной
- ▶ Аккредитация
- ▶ Существующая сеть лабораторий для испытания по содержащей свинец краске
- ▶ Нижние пределы обнаружения (ниже 90 мд)
- ▶ Подходящие единицы измерения (мд)
- ▶ Международные стандарты

Методы лабораторного анализа

Три часто используемых метода, все они достаточно точны для измерения уровня свинца ниже 90 мд.*



Высокий предел
обнаружения

1. Пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия (ПААС)
2. Атомно-абсорбционная спектрометрия в графитовой печи (ААСГП)
3. Атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП)



Более высокая цена

* Возможность одновременного анализа нескольких аналитов

Методы лабораторного анализа: что нужно учитывать при выборе лаборатории

- ▶ Опыт лаборатории в анализе содержащих свинец красок
- ▶ Аккредитация по признанной схеме проверки квалификации
- ▶ Используемые аналитические методы (например, ПААС, ААСГП, АЭС-ИСП)
- ▶ Предел обнаружения
- ▶ Затраты на образец, включая любые расходы по доставке
- ▶ Особые требования к образцу, которые может иметь выбранная лаборатория
- ▶ Время получения результатов

Методы лабораторного анализа: вопросы качества

- ▶ Обученный персонал и надлежащие процедуры обеспечения качества необходимы для гарантии точности и надежности результатов.
- ▶ Для проведения анализов лаборатория должна быть аккредитована международной или национальной программой или органом по аккредитации, например, ISO/IEC 17025 Международной ассоциацией по аккредитации лабораторий (ИЛАК).
- ▶ Существуют международные стандарты для подготовки и анализа проб.

Международный стандарт по компетентности лабораторий – ISO/IEC 17025

- ▶ Разработан Международной организацией по стандартизации совместно с Международной электрохимической комиссией (МЭК) и обновлен в 2017 г.
- ▶ Позволяет лабораториям демонстрировать свои возможности осуществления компетентной деятельности и получения достоверных результатов, тем самым способствуя доверию к себе на национальном и международном уровне.
- ▶ Облегчает сотрудничество между лабораториями и другими органами, обеспечивая более широкое признание результатов между странами.
- ▶ Протоколы испытаний и сертификаты могут быть приняты из одной страны в другую без необходимости проведения дальнейшего испытания, что, в свою очередь, способствует развитию международной торговли.
- ▶ Стандарт ISO/IEC 17025 был разработан экспертами лабораторий со всего мира, а также 18-ю сотрудничающими организациями, как, напр. ИЛАК (Международная организация по сотрудничеству в области аккредитации лабораторий).
- ▶ Глобальная сеть лабораторий, аккредитованных ИЛАК: <https://ilac.org/>

Существующая коммерческая сеть лабораторий по испытанию содержащей свинец краске

Программа аккредитации экологических лабораторий для определения свинца (ELPAT)

- ▶ Американская ассоциация гигиены труда осуществляет программу ELPAT, которая подготавливает материалы для оценки эффективности анализа свинца в краске, почве и пыли, предоставляя их более 250 лабораториям по всему миру ежеквартально.
- ▶ ELPAT измеряет уровень компетентности в проведении анализа свинца
- ▶ ELPAT образует сеть лабораторий по анализу свинца
 - ▶ Лаборатории ELPAT, действующие за пределами США: Австралия (3), Канада (1), Франция (1), Япония (2), Корея (3)
- ▶ **Лаборатории ELPAT могут работать с клиентами в любой стране**

Лаборатории ELPAT – Неполный список

Organization Name Название организации	PAT ID Number Идентиф. номер PAT	PAT Proficiency Program Программа аккредитации PAT	Analyte Class Класс Класс аналита	Primary Contact Name Контактное лицо	City Город	State/Province Штат/район	Country Страна
C.A. Labs	PAT-155305	Аккредитация лабораторий по определению свинца (ELPAT)	Paint Краска	(225) 751-5632 - Christopher Williams Кристофер Уильямс	Baton Rouge Балтон-Руж	LA Лос-Анджелес	USA США
NANO LABO	265175	Аккредитация лабораторий по определению свинца (ELPAT)	Dust Пыль	011-40-91-44-36 - Stephanie Laparra Стефани Лапарра	FRESNES Фресне		FRA Франция
EMG Company	PAT-157126	Аккредитация лабораторий по определению свинца (ELPAT)	Paint Краска	(714) 893-5166 - John Pham Джон Фам	Westminster Вестминстер	CA Калифорния	USA США
Exova, Inc.	PAT-101647	Аккредитация лабораторий по определению свинца (ELPAT)	Dust Пыль	(562) 948-2225 ext. 70107 - Lorraine Jack Shelton Лорейн Джек Шелтон	Santa Fe Springs Санта Фе Спрингс	CA Калифорния	USA США
Exova, Inc.	PAT-101647	Аккредитация лабораторий по определению свинца (ELPAT)	Paint Краска	(562) 948-2225 ext. 70107 - Lorraine Jack Shelton Лорейн Джек Шелтон	Santa Fe Springs Санта Фе Спрингс	CA Калифорния	USA США
Apex Research	PAT-227441	Аккредитация лабораторий по определению свинца (ELPAT)	Dust Пыль	(734) 449-9990 - Robert Letarte Роберт Летарт	Whitmore Lake Уитмор Лейк	MI Мичиган	USA США
Вонджинской институт ограны труда и санитарии окружающей среды	PAT-152200	Аккредитация лабораторий по определению свинца (ELPAT)	Dust Пыль	011-82-10-6317 - Choi Inja Чои Инджа	Seoul Сеул		KOR Корея
Вонджинской институт ограны труда и санитарии окружающей среды	PAT-152200	Аккредитация лабораторий по определению свинца (ELPAT)	Soil Почва	011-82-10-6317 - Choi Inja Чои Инджа	Seoul Сеул		KOR Корея
Вонджинской институт ограны труда и санитарии окружающей среды	PAT-152200	Аккредитация лабораторий по определению свинца (ELPAT)	Paint Краска	011-82-10-6317 - Choi Inja Чои Инджа	Seoul Сеул		KOR Корея

<https://online.aihatpat.org/patssa/f?p=AIHASSA>: (необходимо ввести поисковой запрос 'ELPAT Laboratories')

Лаборатории, утвержденные Комиссией по безопасности потребительских товаров США (CPSC)


Lab Name	Location
ICT Lab Taicang	Taicang
WT Testing Services Limited(Guangdong) (formerly shown as AJT TECHNICAL Co., Limited Guangdong))	Shantou
ACL (Shenzhen)	Shenzhen
Bureau Veritas Consumer Product Services Vietnam Ltd	Ho Chi Minh Vietnam
Bureau Veritas Consumer Products Services India	Noida, U
Bureau Veritas Consumer Products Services Shanghai Co., Ltd.	Minhang
Bureau Veritas Consumer Products Services Shanghai Co., Ltd. - Qingdao Branch	Qingdao
Bureau Veritas Consumer Products Services, Inc - Buffalo	Buffalo,
Bureau Veritas Hong Kong Limited - Kowloon Bay Office	Kowloon
Centro Tecnológico do Calçado de Portugal	São João
MA Testing and Certification Laboratories (Shenzhen) Limited-(Yubiao)	Shenzhen

- ▶ Лаборатории, расположенные в Азии, Европе, Северной Америке, Южной Америке
- ▶ Одобрены для проведения испытаний в соответствии с регламентом CPSC по содержащей свинец краске
- ▶ Проверка способности анализа содержания свинца в лакокрасочных покрытиях

<https://www.cpsc.gov/cgi-bin/LabSearch/SearchResult.aspx?ReqId=P16fj8myQYAHhfUuXukqEQ%3d%3d>

Международные стандарты по лабораторным методам анализа

- ▶ Обычно доступны через национальные агентства по стандартизации
- ▶ Стандарты ISO по анализу краски:
<https://www.iso.org/committee/47962.html>
- ▶ Стандарты ASTM по анализу краски:
<https://www.astm.org/Standards/paint-and-related-coating-standards.html>
- ▶ Специальные стандарты для измерения содержания свинца в краске представлены в разделах «Рекомендации» и «Дополнительная информация» данной презентации
 - ▶ Стандарты ISO и ASTM для подготовки и анализа проб в лаборатории



Портативные методы анализа (РФА)

1. Обычный
рентгенофлуоресцентный
анализ (РФА)*
2. РФА высокого разрешения
(РФАВР)*

* Возможность одновременного
анализа нескольких аналитов

РФА

- ▶ Использует источник излучения или рентгеновскую трубку для обнаружения и измерения свинца (необходимо соблюдать меры предосторожности в отношении радиационной и рентгеновской безопасности).
- ▶ Должен использоваться обученным сотрудником для обеспечения надежных результатов.
- ▶ Не все устройства РФА подходят для измерения содержания свинца в краске; некоторые не предоставляют данные в мд – необходимо проверить это перед использованием.
- ▶ Для отбора проб новой краски образцы следует готовить на однородной поверхности, не содержащей металла, например, на деревянной или стеклянной подложке.
- ▶ Предназначен в основном для скрининга высокого содержания свинца в краске, но результаты доступны сразу.
- ▶ Возможность анализа других аналитов.
- ▶ Нет международного стандарта по анализу новой краски.



РФА высокого разрешения (РФАВР)

- ▶ Также известен дисперсноэнергетический рентгеновский флуоресцентный анализ (ДРФРА)
- ▶ Относительно новая технология с использованием оптики, позволяющая измерять очень низкие концентрации свинца
- ▶ Сопоставимые результаты с лабораторными методами
- ▶ Подходит для проверки соответствия новых красок
 - ▶ Утвержденная альтернатива лабораторным методам испытаний в США - ASTM F2853-10
- ▶ Для отбора проб новой краски образцы следует готовить на однородной поверхности, не содержащей металл, например, из дерева или стекла
- ▶ Измерение свинца указывается в мд
- ▶ Доступно очень мало моделей, они дорогостоящие
- ▶ Возможность анализа других аналитов

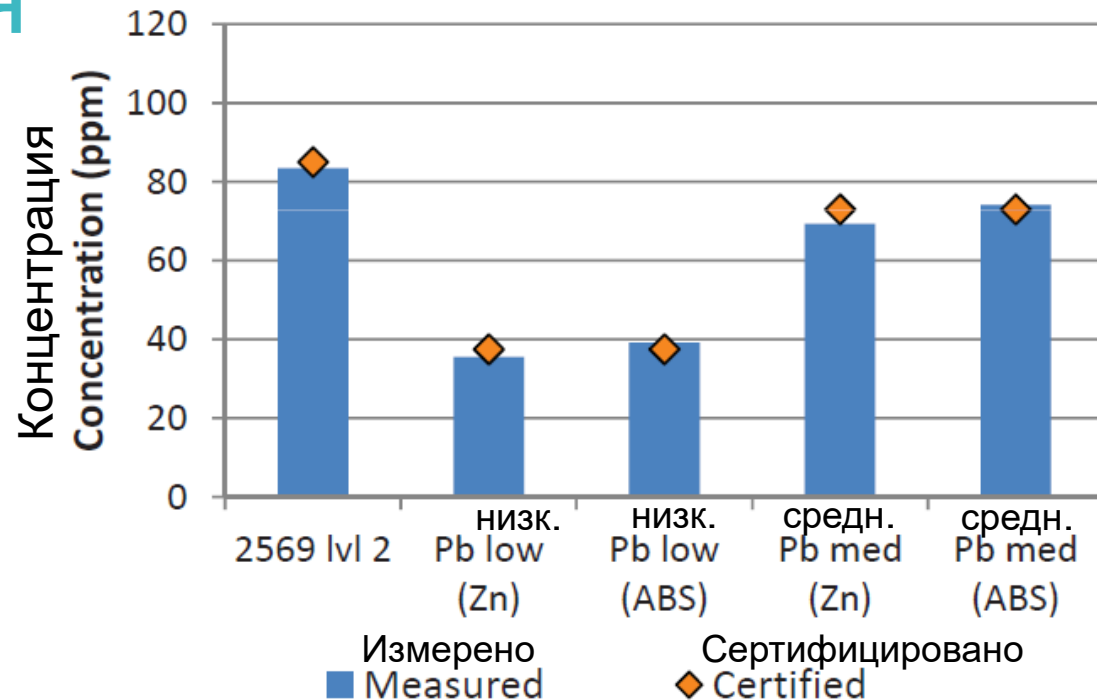


Рис. 3. Сертифицированные значения содержания свинца в сравнении со средними значениями, полученными посредством РФАВР.

Сравнение лабораторных и РФА-методов анализа

Оба метода

- Требуется сушка краски на неметаллической подложке
- Для отбора проб и анализа необходим обученный персонал

Портативный метод РФА

- Быстрые результаты
- Может быть дешевле
- Скрининг: предел обнаружения для некоторых видов РФА может быть выше
- Испытание на соответствие: РФАВР
- Убедитесь, что результаты представляются в мд
- Средний уровень подготовки
- Международный стандарт по РФАВР

Лабораторный анализ

- Требуется больше времени по сравнению с РФА
- Более дорогой
- Более точные результаты
- Испытание на соответствие
- Сертификация третьей стороной
- Результаты всегда указываются в мд
- Высокий уровень подготовки
- Стандарты ISO/ASTM
- Лаборатории ELPAT

Выводы

- ▶ Правила стимулируют разработку методов, технологий и лабораторных сетей по испытанию содержащей свинец краски
- ▶ Тестирование содержащей свинец краски является ключевым инструментом соблюдения и обеспечения выполнения типового закона о содержащей свинец краске
- ▶ Выбор способа испытания зависит от целей
- ▶ Методы анализа включают лабораторные методы и методы отбора проб на местах, которые различаются по стоимости и точности результатов
- ▶ Доступны методы, технологии и лаборатории по испытанию содержащей свинец краски
- ▶ Существуют международные стандарты лабораторной компетентности, отбора проб и испытания

ССЫЛКИ

Международные стандарты по лабораторной компетенции и программа аккредитации

- ▶ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. (<https://www.iso.org/standard/66912.html> , доступ по состоянию на 27 августа 2019 г.)
- ▶ Программа аккредитации экологических лабораторий для определения свинца (ELPAT) (<https://www.aihapat.org/Programs/ELPAT/Pages/default.aspx>, доступ по состоянию на 19 августа 2019 г.)
- ▶ Список лабораторий ELPAT: <https://online.aihapat.org/patssa/f?p=AIHASSA:> (необходимо ввести поисковой запрос 'ELPAT Laboratories')

ССЫЛКИ

Международные стандарты по подготовке проб

- ▶ ISO 1513:2010, Краски и лаки. Экспертиза и подготовка образцов для испытаний (доступно на английском, русском и французском языках) (http://www.iso.org/iso/iso_catalogue/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=50490, доступ по состоянию на 25 июля 2017 г.)
- ▶ ASTM E1645-01 (2007), Стандартная практика для подготовки образцов высушенной краски путем термического или микроволнового разложения для последующего анализа на содержание свинца, ASTM International, Уэст Коншохокен, Пенсильвания (<http://www.astm.org/Standards/E1645.htm>, доступ по состоянию на 25 июля 2017 г.)
- ▶ ASTM E1979-17, Стандартная практика ультразвуковой экстракции образцов краски, пыли, почвы и воздуха для последующего определения содержания свинца. <https://www.astm.org/Standards/E1979.htm>

ССЫЛКИ

Международные стандарты по методам лабораторного испытания

- ▶ ISO 6503:1984, Краски и лаки - Определение общего содержания свинца. Спектрометрический метод атомной абсорбции пламени (доступен на английском и французском языках)
(http://www.iso.org/iso/iso_catalogue/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=12880, доступ по состоянию на 25 июля 2017 г.)
- ▶ ASTM D3335-85a (2014), Стандартный метод испытаний для определения низких концентраций свинца, кадмия и кобальта в краске методом атомно-абсорбционной спектроскопии, ASTM International, Уэст Коншохокен, Пенсильвания
(<http://www.astm.org/Standards/D3335.htm>, доступ по состоянию на 25 июля 2017 г.)
- ▶ ASTM E1613-12, Стандартный метод испытаний для определения содержания свинца с помощью методов атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП), пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (ПААС) или атомно-абсорбционной спектрометрии в графитовой печи (ААСГП) ASTM International, Уэст Коншохокен, Пенсильвания
(<http://www.astm.org/Standards/E1613.htm>, доступ по состоянию на 25 июля 2017 г.)

ССЫЛКИ

Международный стандарт по методу испытания РФАВР

- ▶ ASTM F2853-10, Стандартный метод испытаний для определения содержания свинца в слоях краски и аналогичных покрытиях или в подложках и гомогенных материалах с помощью энергодисперсионной рентгеновской флуоресцентной спектрометрии с использованием нескольких монохроматических возбуждающих пучков <http://www.astm.org/Standards/F2853.htm>

Общие ссылки

- ▶ Краткое руководство по аналитическим методам измерения содержания свинца в краске (доступно на китайском, английском, французском и испанском языках). Женева: Всемирная организация здравоохранения; 2011 г. (http://www.who.int/ipcs/assessment/public_health/lead/en, доступ по состоянию на 25 июля 2017 г.).
- ▶ Глобальный альянс по отказу от применения свинца в краске – Инструментарий для регулирования содержащей свинец краски. Модуль по аналитическим методам измерения содержания свинца в краске (https://wedocs.unep.org/bitstream/handle/20.500.11822/21469/Module%20Cii%20anal%20methods%20paint%20v14%20July_17.pdf?sequence=1&isAllowed=y)

Дополнительная информация



Подготовка пробы для лабораторного анализа

- ▶ Полученный в лаборатории образец краски подготавливается для анализа путем расщепления кислотой в горячей ванне или в микроволновой печи.

Атомно-абсорбционный пламенный спектрометр



- ▶ Простота в использовании/
умеренная стоимость
- ▶ Специальные газы
- ▶ Предел обнаружения зависит от
пробоподготовки

Атомно-абсорбционный спектрометр с графитовой печью



- ▶ Квалифицированный техник
- ▶ Специальные газы
- ▶ Может анализировать небольшие образцы
- ▶ Может работать с большим количеством проб

Индуктивный спаренный плазменно-атомный эмиссионный спектрометр



- ▶ Высококвалифицированный техник
- ▶ Низкий предел обнаружения
- ▶ Множество элементов / анализ небольших образцов
- ▶ Изотопное соотношение