

**GUVERNUL REPUBLICII MOLDOVA**

**HOTĂRÎRE nr. \_\_\_\_\_**  
din ” \_\_\_\_ ” \_\_\_\_\_ 2022

**cu privire la aprobarea Regulamentului sanitar  
privind limitarea plumbului în vopsele și materiale de acoperire similare**

În vederea executării prevederilor art. 6 și 10 din Legea nr. 10 din 03 februarie 2009 privind supravegherea de stat a sănătății publice (Monitorul Oficial al Republicii Moldova, 2009, nr. 67, art. 183), cu modificările ulterioare, art. 11 al Legii nr. 277 din 29 noiembrie 2018 privind substanțele chimice (Monitorul Oficial al Republicii Moldova, 2019, Nr. 49-58, art. 109), Guvernul HOTĂRĂȘTE:

1. Se aprobă Regulamentul sanitar privind limitarea plumbului în vopsele și materiale de acoperire similare, conform anexei nr. 1.
2. Prevederile Regulamentului se aplică „producătorilor” și „importatorilor” care produc sau comercializează vopsele și materiale de acoperire similare.
3. Producătorii de vopsele și materiale de acoperire similare vor ajusta procesul de producere a acestora în conformitate cu prevederile prezentului Regulament în decurs de 6 luni de la data intrării în vigoare.
4. Controlul asupra implementării prezentei hotărâri se atribuie Ministerului Sănătății prin intermediul Agenției Naționale pentru Sănătate Publică.
5. Prezenta hotărâre intră în vigoare la data publicării în Monitorul Oficial al Republicii Moldova, cu excepția:
  - 1) pentru stocurile existente în termen de 3 luni;
  - 2) pentru aplicații arhitecturale, decorative, de uz casnic în termen de 6 luni;
  - 3) pentru aplicații industriale în termen de 1 an.

**PRIM-MINISTRU  
AL REPUBLICII MOLDOVA**

**Natalia GAVRILIȚA**

Contrasemnează:

**Ministrul sănătății**

**Ala NEMERENCO**

**Ministerul mediului**

**Iuliana CANTARAGIU**

**Ministerul economiei și infrastructurii**

**Sergiu GAIBU**

## **REGULAMENT SANITAR**

### **privind limitarea plumbului în vopsele și materiale de acoperire similare**

#### **I. Dispoziții generale**

1. Regulamentul sanitar privind limitarea plumbului în vopsele și materiale de acoperire similare (în continuare – Regulament) stabilește cerințe sanitare și de igienă, specifice pentru diminuarea impactului negativ asupra stării de sănătate a angajaților și populației, prevenirea riscurilor care provin sau pot proveni din efectele nocive ale plumbului, are ca scop menținerea sănătății publice și stabilește normele necesare în vederea asigurării unui nivel sporit de protecție a sănătății și vieții populației prin reglementarea concentrației de plumb în vopsele și materiale de acoperire similare.

2. În sensul prezentului Regulament, termenii utilizați se definesc după cum urmează:

*Aplicare arhitecturală, decorativă, de uz casnic și alte aplicații* - reprezintă utilizarea vopselelor pentru scopuri arhitecturale, decorative, în gospodăriile private precum și alte utilizări diferite de cele industriale;

*Aplicarea industrială* - reprezintă utilizarea vopselelor în domeniul industrial, de utilizatori profesioniști;

*Conținutul total de plumb* - este procentul în greutate din partea totală nevolatilă a vopselei sau procentul din greutatea stratului uscat al vopselei.

*Eliminare* - înseamnă prelucrarea, depozitarea temporară și distrugerea sistematică a deșeurilor de plumb și a compușilor acestora în conformitate cu dispozițiile legislației aplicabile care reglementează deșeurile periculoase.

*Eșantioane suficiente* - înseamnă numărul de eşantioane de vopsea sau materiale de acoperire similare care, sunt necesare pentru a oferi un grad ridicat de încredere că testele efectuate în scopul emiterii unei declarații chibriturile demonstrează cu exactitate conformitatea vopselei sau a materialului de acoperire similar cu conținutul total de 90 ppm specificat.

*Importator* - orice persoană fizică sau juridică care este responsabilă pentru import;

*Producător* - persoană fizică sau juridică care produce un produs chimic, precum și orice altă persoană care prelucrează, reambalează sau modifică numele acestuia pentru utilizare ulterioară;

*Laborator al terței părți* - înseamnă un laborator independent care nu este interesat de o tranzacție între un producător și un importator sau distribuitor și comerciant și care este acreditat ISO/IEC 17025 de către o parte la Acordul internațional de acreditare pentru laborator (ILAC) sau un acord de la organisme sale recunoscute regionale,

precum Asociația Interamericană de Acreditare (IAAC), Asociația Europeană de Acreditare (EA) sau Asociația de Acreditare Asia-Pacific (APLAC).

*Material de acoperire* - este un material/produs sub formă de lichid, pastă sau pulbere, care atunci când este aplicat pe un substrat formează un strat cu proprietăți protectoare, decorative și/sau alte proprietăți specifice.

*Modificare substanțială* - înseamnă o astfel de modificare a producătorului sau a importatorului în procesul de proiectare sau producție a vopselei sau a materialului de acoperire similar, sau o înlocuire a sursei componentelor de vopsea sau a materialului de acoperire similar așa cum este cunoscut, sau ca producătorul sau importatorul să aibă grijă cuvenită, poate afecta respectarea limitei totale de plumb de 90 ppm specificată.

*Substrat* - suprafața pe care se aplică sau va fi aplicat materialul de acoperire.

*Vopsea* - un material de acoperire pigmentat, care atunci când este aplicat pe un substrat, formează o peliculă uscată opacă, cu proprietăți protectoare, decorative și/sau alte proprietăți specifice.

*Vopsea pe bază de plumb* - este vopseaua la care unul sau mai mulți compuși de plumb au fost adăugați intenționat de către producător pentru a obține caracteristici specifice.

3. Prezentul normativ reglementează obligațiile persoanelor fizice și juridice indiferent de forma juridică de organizare care produc, importă sau plasează pe piață a tuturor vopselelor și materialelor de acoperire similare (vopsele și lacuri de interior și de exterior, vopsele și lacuri decorative, vopsele și lacuri utilizate pentru articole de artă, vopsele și lacuri utilizate în producerea jucăriilor, vopsele și lacuri utilizate pentru acoperiri în anumite scopuri industriale și profesionale, inclusiv acoperiri de rezistență etc.), inclusiv celor utilizate în tipografiile precum și altor produse de acoperire derivate ale acestora, cu excepția vopselelor utilizate pentru tipărirea publicațiilor pentru copii și manuale școlare.

4. Pentru lucrările de restaurare, în scopul restaurării monumentelor arhitecturale antice, operelor de artă, vehiculelor identificate de autorități ca aparținând obiectelor de patrimoniu cultural sau istoric, dacă nu există o înlocuire adecvată a vopselelor sau materialelor de acoperire similare, care conțin plumb, sunt posibile excepții în legătură cu producția, vânzarea și cumpărarea în cantități strict limitate de produse, în special vopsele artistice, care nu îndeplinesc cerințele prezentului regulament. Etichetele acestor produse trebuie să conțină obligatoriu, clar, lizibil și vizibil avertismentul: „PERICOL: CONȚINE PLUMB. A NU SE APLICA PE SUPRAFETELE ACCESIBILE COPIILOR SAU FEMEILOR GRAVIDE”

5. Limitele maxime admise de conținut de plumb în vopselele și materialele de acoperire similare nu trebuie să conțină plumb (calculat ca plumb metalic) mai mare de **90 ppm sau 90 mg/kg** în greutate din partea totală non-volatilă a vopselei sau din greutatea peliculei de vopsea uscată.

6. Conținutul de plumb de 90 ppm reprezintă limita maximă admisă care oferă concomitent și cea mai mare protecție, această limită specifică poate fi, de asemenea, măsurată și exprimată, ca **0,009% sau 90 mg/kg** plumb total calculată pe baza unui strat de vopsea uscată.

7. Pentru nerespectarea prezentului Regulament producătorii și importatorii poartă răspundere conform art. 80 alin. (1) din Codul contravențional al Republicii Moldova nr. 218/2008.

8. Transportul, depozitarea temporară, eliminarea și prelucrarea lacurilor, vopselelor sau altor materiale de acoperire similare în care a fost identificat plumb în concentrații ce depășesc limitele stabilite de prezentul Regulament trebuie efectuate în conformitate cu cerințele Legii nr. 209/2016 privind deșeurile.

## **II. Cerințe pentru plasarea pe piață a vopselelor și materialelor de acoperire similare**

9. Înainte de punerea pe piață, la etapa producerii, oricăror vopsele sau a oricăror materiale de acoperire similare, producătorul trebuie să furnizeze eșantioane suficiente din primul lot de vopsea în laborator, terțelor părți acreditate, astfel cum impune prezentul Regulament, pentru a verifica respectarea limitei de reglementare a conținutului total al plumbului de 90 ppm, iar importatorul preventiv realizării, să prezinte declarația de conformitate precum și actele ce dovedesc testarea într-un laborator acreditat și respectarea limitei impuse de prezentul regulament.

10. Pe baza unor astfel de testări, se emite o declarație de conformitate de către producători și importatori, care să ateste că aceste produse respectă limita de 90 ppm a conținutului de plumb specificat.

11. Ținând cont de rezultatele investigațiilor sanitare, precum și de prezența declarației de conformitate se va lua decizia asupra admiterii plasării pe piață a produsului cu eliberarea avizului sanitar în condițiile Legii nr. 10/2009 privind supravegherea de stat a sănătății publice (Legii nr. 10/2009).

12. Modul de solicitare, acordare și retragere a avizului sanitar pentru agenții economici se stabilește de Legea nr. 10/2009, Legea nr. 160/2011 privind reglementarea prin autorizare a activității de întreprinzător, respectând prevederile Legii nr. 161/2011 privind implementarea ghișeului unic în desfășurarea activității de întreprinzător.

13. Producătorii și importatorii sunt obligați să țină evidența declarațiilor de conformitate și a rezultatelor testelor și concluziilor care confirmă aceste declarații timp de cel puțin 3 ani de la data la care vopseaua sau materialul de acoperire similar a încetat a mai fi produs sau importat.

14. Importatorii de vopsele și materiale de acoperire similare se pot baza pe rezultatele încercărilor efectuate de producător când emit propria declarație de conformitate, cu condiția monitorizării în mod corespunzător că rezultatele testărilor

efectuate de producător respectă cerințele prezentului regulament și documentează rezultatele încercărilor și concluziile privind modul în care au fost efectuate testele.

15. În cazul unei „modificări substanțiale” a rețetei, producătorul sau importatorul trebuie să trimită suficiente eşantioane de vopsea sau material de acoperire, unui laborator terț acreditat conform prezentului Regulament, pentru a testa respectarea limitei conținutului total de plumb (Pb) de 90 ppm, și pe baza rezultatelor de încercări, să emită o nouă declarație de conformitate care să ateste că vopseaua sau materialul de acoperire similar respectă limita conținutului total de plumb de 90 ppm.

16. Declarația de conformitate se emite de către:

- Producător, în cazul vopselelor sau materialelor de acoperire similare produse în Republica Moldova, în conformitate cu anexa nr. 3.

- Importator, în cazul vopselelor sau materialelor de acoperire similare, importate și propuse pentru piața Republicii Moldova, în conformitate cu anexa nr. 3.

17. Producătorii și importatorii de vopsele sau materiale de acoperire similare sunt obligați să prezinte declarația de conformitate distribuitorilor, comercianților cu amănuntul, precum și oricărui alt potențial cumpărător la solicitarea acestuia.

18. Fiecare declarație de conformitate include:

- Denumirea vopselei sau a materialului de acoperire similar care face obiectul declarației;

- Denumirea, numele, adresa de contact, a producătorului sau a importatorului care certifică respectarea limitei conținutului total de plumb de 90 ppm;

- Subiectul declarației de conformitate (de exemplu, numele, tipul, data producerii sau numărul modelului produsului, descrierea procesului, sistemul de gestionare, persoana sau organizația și/sau alte informații relevante suplimentare);

- Declarație pe proprie răspundere a producătorului sau importatorului că vopseaua sau materialul de acoperire similar îndeplinește limita conținutului total de plumb de 90 ppm;

- Datele de contact ale laboratorului și ale persoanei responsabile cu stocarea documentației rezultatelor testului;

- Date despre acreditare laboratorului de la terți.

19. Pentru ca acreditarea să fie eligibilă pentru testare pentru respectarea limitei totale de 90 ppm, un laborator terț trebuie să fie acreditat și să aplice în testare standardele internaționale menționate în anexa 2.

20. Vopselele sau materialele de acoperire similare comercializate pe piața națională trebuie să întrunească în tocmai prevederile Legii nr. 277/2018 privind substanțele chimice și Regulamentul privind clasificarea, etichetarea și ambalarea substanțelor și amestecurilor.

### **III. Supravegherea și controlul**

21. Supravegherea și controlul respectării prezentului regulament se va asigura în condițiile respectării Legii nr. 131/2012 privind controlul de stat asupra activității de

întreprinzător, Hotărârii Guvernului nr. 1014/2018 cu privire la aprobarea Metodologiei controlului de stat asupra activității de întreprinzător în baza analizei riscurilor de către Agenția Națională pentru Sănătate Publică și în conformitate cu prevederile Legii nr. 7/2016 privind supraveghere pieței în ceea ce privește comercializarea produselor nealimentare, precum și Hotărârii Guvernului nr. 782/2018 cu privire la aprobarea Metodologiei controlului de stat asupra activității de întreprinzător în baza analizei riscurilor de către Agenția pentru Protecția Consumatorului și Supraveghere Pieței.

22. Vopselele și alte materiale de acoperire similare care nu întrunesc cerințele prezentului Regulament vor fi retrase și restituite producătorului pentru prelucrare și condiționare dacă e posibil sau eliminare în condițiile respectării prevederilor legii nr. 209/2016 privind deșeurile.

**Standarde internaționale și metode de laborator recomandate pentru determinarea plumbului în vopsele și materiale de acoperire similare**

**I. Standarde internaționale recomandate pentru prepararea eșantionului:**

1. ISO 1513, Vopsele și lacuri;
2. ISO 1514, Vopsele și lacuri - plăci de încercare standard;
3. ASTM E1645 20a Practică standard pentru prepararea probelor de vopsele uscate cu o placă de încălzire sau prin descompunere cu microunde pentru o ulterioară evaluare la prezența plumbului;
4. ASTM E1979-17 Practică standard pentru extragerea cu ultrasunete a probelor de vopsea, praf, sol și aer pentru depistarea ulterioară a plumbului.

**II. Standarde internaționale recomandate pentru analiză:**

5. ISO 6503, Vopsele și lacuri. Metodologie pentru determinarea cantității de plumb total prin spectrometrie cu absorbție atomică cu flacără;
6. ASTM E1645-01 Practică standard pentru prepararea probelor de vopsele uscate cu o placă de încălzire sau a prin descompunere cu microunde pentru o ulterioară evaluare la prezența plumbului;
1. ASTM E3335-85a (2020), Metoda de testare standard pentru concentrații scăzute de plumb, cadmiu și cobalt în vopsele folosind absorbția atomică;
2. ASTM E1613-12 Metodă de testare standard pentru determinarea plumbului prin spectrometrie de emisie atomică cu plasmă cuplată prin inducție (ICP-AES), Spectrometrie cu absorbție atomică cu flacără (FAAS) sau cuptor cu grafit Spectrometrie de absorbție atomică (GFAAS).

\* Întrucât Metodele standard sunt actualizate în mod regulat, pentru efectuarea investigațiilor se vor utiliza cele mai recente versiuni ale metodelor enumerate mai sus.

## DECLARAȚIE de conformitate

\_\_\_\_\_  
(numele complet al producătorului sau importatorului)

\_\_\_\_\_  
(descrierea tipului de vopsea sau de material de acoperire similar testat în această declarație )

prin prezenta, confirmă că \_\_\_\_\_

(identificatorul obiectului acestei declarații, inclusiv denumirea și tipul vopselei sau ale materialului de acoperire similar, data producției, numărul modelului, descrierea procesului, sistemul de management etc.)

fabricat \_\_\_\_\_

(adresa producătorului)

conform \_\_\_\_\_

(test utilizat [test ISO sau ASTM realizat], data testului)

eliberat de \_\_\_\_\_

(numele și locația instituției/laboratorului de testare pentru evaluarea și aprobarea standardului desemnat și numele și numărul de contact al persoanei responsabile de certificarea și întreținerea reculatelor testului la laborator)

Subsemnatul, declar pe propria răspundere că în cadrul producerii și importului vopselelor sau materialelor de acoperire similare, documentația de testare de către un laborator terță parte acreditat demonstrează că vopselele identificate în prezența respectă limita de **90 ppm (0,009% sau 90 mg/kg)** de conținut total de plumb.

\_\_\_\_\_  
(Reprezentantul producătorului sau importatorului )

\_\_\_\_\_  
(Funcția)

\_\_\_\_\_  
(Semnatura)

\_\_\_\_\_  
(Data/luna/anul)



**Metodă de laborator**  
**Determinarea metalelor toxice în vopsele și lacuri**  
**prin metoda spectrofotometriei de absorbție atomică**

**SCOPUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE**

Procedura dată stabilește funcțiile și obligațiunile pentru determinarea metalelor toxice în vopsele și lacuri (alte materiale de acoperire similare) prin metoda absorbției atomare.

**1. REFERINȚE NORMATIVE**

Principalele referințe normative utilizate în determinarea metalelor toxice (Pb) în vopsele și lacuri sunt enumerate în tabelul nr. 1:

Tabelul nr. 1

**Documente normative de referință**

| <b>Nr. d/o</b> | <b>Documentul normativ</b>                                     | <b>Denumirea documentului normativ</b>                                                                                                                                                                                                                                                                         |
|----------------|----------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>1.</b>      | GOST R 50279.10-92<br>(ISO 6503-84)                            | Vopsele și lacuri (materiale de acoperire similare) Metode de determinare a conținutului de metale. Determinarea conținutului total de plumb prin metoda absorbției atomice.<br>Paints and varnishes. Test methods of metal content. Determination of total lead. Flame atomic absorption spectrometric method |
| <b>2.</b>      | GOST 9980.2-2014<br>(ISO 1513:2010, ISO 15528:2013)            | Vopsele și lacuri (materiale de acoperire similare), recoltarea eșantioanelor, controlul și pregătirea pentru investigare                                                                                                                                                                                      |
| <b>3.</b>      | SM SR EN ISO/IEC 17025:2018                                    | Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări și etalonări                                                                                                                                                                                                                                    |
| <b>4.</b>      | MSM 8.2                                                        | Manualul Sistemului de Management Direcția diagnostic de laborator în Sănătate Publică, pentru Încercări de Laborator, Procedura Sistemului de management                                                                                                                                                      |
| <b>5.</b>      | Procedura specifică de lucru a Sistemului Calității PSC CP 2.1 | Spălarea veselei de laborator                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| <b>6.</b>      | МП                                                             | Атомно-абсорбционный анализ в санитарно-гигиенических исследованиях                                                                                                                                                                                                                                            |
| <b>7.</b>      | SM SR EN ISO 3696 :2006                                        | Apă utilizată pentru laboratoare analitice.                                                                                                                                                                                                                                                                    |

## 2. DESCRIEREA PROCEDURII

### 2.1 Principiul metodei

Prezenta metoda se aplică la determinarea metalelor toxice în vopsele și lacuri (alte materiale de acoperire similare). Metoda spectrofotometrică de absorbție atomică se bazează pe capacitatea atomilor metalelor de a absorbi (în stare neexcitată) lumina anumitor lungimi de undă care o elimină în stare excitată. Una din caracteristici a spectrofotometrelor cu absorbție atomică este instalația de atomizare a materialelor, de care depinde în mare măsură sensibilitatea, repetabilitatea și exactitatea investigațiilor.

Se aplică metoda de dispersie în flacără. La atomizarea prin dispersie soluțiile, ce se introduc în flacără sunt de o anumită compoziție. Lumina lămpii, ce elimină iradiere caracteristică unui element, trecând prin flacără, ajunge la monocromator, apoi în detector, unde se măsoară energia luminii, ce se absoarbe în flacără. Absorbția luminii depinde de numărul de atomi liberi și neexcitați din flacără.

*Avertisment:* Se utilizează și se manipulează reactivi, respectând instrucțiunile de protecție a muncii și cele pentru sănătatea personală. Se lucrează cu acizi clorhidric și sulfuric concentrat, cu cuptor și reșou electric. De verificat de fiecare dată să nu fie eliminare de acetilenă.

*Metode de precauție:* obligator utilizarea echipamentului de protecție: mănuși, mască, salopetă pentru a evita arsurile.

Tabelul nr. 2

#### Caracteristici de performanță ale metodei

| Nr. d/o | Denumirea indicelui | Interval de măsurare mg/kg | Sensibilitatea metodei mg/kg | CMA mg/kg | Limita de detecție mg/kg | Incertitudine % | Validare interval mg/kg | Diagrama control Shewhart mg/g |
|---------|---------------------|----------------------------|------------------------------|-----------|--------------------------|-----------------|-------------------------|--------------------------------|
| 1.      | Plumb               | 0,2-5,0                    | 0,20                         | 90        | 0,06                     | 8,6-4,7-8,3     | 0,2-5,0                 | 0,20-2,00                      |

### 2.2. Echipamente, utilaje auxiliare

Tabelul nr. 3

#### Echipamente și utilaje auxiliare utilizate în determinarea metalelor toxice în vopsele și lacuri

| Nr. d/o | Denumire echipamentului                                 |
|---------|---------------------------------------------------------|
| 1.      | Spectrofotometrul cu absorbție atomică                  |
| 2.      | Lampă cu catod scobit pentru determinarea metalelor HCl |
| 3.      | Balanță de laborator                                    |
| 4.      | Balanță de laborator                                    |
| 5.      | Bidistilator                                            |
| 6.      | Cuptor de calcinare                                     |
| 7.      | Dulap pentru uscare                                     |
| 8.      | Baie de apă digitală                                    |
| 9.      | Reșou electric închis                                   |

### 2.3. Veselă de laborator:

1. colbe cotate (50 cm<sup>3</sup>, 100 cm<sup>3</sup>), pipete (1 cm<sup>3</sup>, 2 cm<sup>3</sup>, 5 cm<sup>3</sup>, 10 cm<sup>3</sup>), *clasa A*;
2. cilindre (5 cm<sup>3</sup>, 10 cm<sup>3</sup>, 25 cm<sup>3</sup>, 100 cm<sup>3</sup>, 200 cm<sup>3</sup>, 500 cm<sup>3</sup>);
3. creuzete p/u evaporare (50 cm<sup>3</sup>, 100 cm<sup>3</sup>, 250 cm<sup>3</sup>).

### 2.4 Reactivi și materiale/consumabile

Tabelul nr. 4

#### Materiale de referință

| Nr. d/o | Denumirea reactivilor                           |
|---------|-------------------------------------------------|
| 1.      | Apă bidistilată                                 |
| 2.      | Acid clorhidric pur pentru analiză ori analitic |
| 3.      | Acid azotic pur pentru analiză ori analitic     |
| 4.      | Standard for AAS<br>Pb 1001 mg/l $\pm$ 4mg/l    |

### 2.5. Cerințe față de competența operatorului

Măsurările se efectuează de un specialist al Laboratorului acreditat.

### 2.6. Tehnica securității și igiena personală

La efectuarea etapelor de investigare după procedura dată este obligatoriu de condus după Procedura operațională standard POS 1.2 „Tehnica securității și igiena individuală”.

*Avertisment:* Se utilizează și se manipulează cu reactivi, respectând instrucțiunile de protecție a muncii și cele pentru sănătatea personală. E contraindicat de a lucra cu substanțe inflamabile ori substanțe volatile lângă *reșou* electric.

### 2.7. Condițiile de efectuare a măsurărilor

Temperatura aerului - 20  $\pm$  5<sup>0</sup>C

Presiunea atmosferică - 84 - 106,7 kPa (630-800 mm.col.Hg)

Umiditatea relativă - nu mai mare de 80%

Intensitatea curentului în rețea - 220  $\pm$  22 V

Frecvența curentului - 50  $\pm$  1 Hz

### 2.8 . Pregătirea aparatajului pentru măsurare

Se conectează spectrofotometrul cu absorbție atomică în rețea conform instrucțiunii de exploatare și se indică toți parametrii de lucru conform metodei date.

## 3. EFECTUAREA ANALIZEI. ETAPELE PROCEDURII

### 3.1. Construirea curbelor de calibrare

Soluțiile etalon se pregătesc din soluții intermediare prin metoda de diluție cu acid azotic de 1%. Concentrațiile plumbului în soluțiile etalon trebuie să fie în diapazonul de lucru 0,1  $\mu$ g/cm<sup>3</sup> – 1,0  $\mu$ g /cm<sup>3</sup>. În diapazonul de lucru este de ajuns

de a avea 3-4 concentrații de comparare. Soluțiile cu concentrația de la 1 până la 10  $\mu\text{g}/\text{cm}^3$  se pot păstra nu mai mult de o lună. Concentrația de 1  $\mu\text{g}/\text{cm}^3$  e necesar de a o pregăti în fiecare zi. În calitate de control se folosește soluția de 1% acid azotic.

Curba de etalonare la plumb s-a construit pe 6 soluții etalon. Pentru trasarea curbei de etalonare, care constituie reprezentarea grafică a dependenței absorbantei în funcție de concentrația de plumb sunt necesare trei scări de etaloane conform tabelului nr. 5.

Se pregătește soluție de 10  $\mu\text{g}/\text{cm}^3$  din soluția etalon de bază  $1\text{g}/\text{dm}^3 \pm 4\text{mg}/\text{dm}^3$  - 1  $\text{cm}^3$  soluție etalon se toarnă într-o colbă cotată de 100  $\text{cm}^3$  și se aduce până la cotă cu soluție de 1 % acid clorhidric. Se pregătește următoarea scară de soluții etalon conform tabelului nr. 5:

Tabelul nr. 5

**Soluțiile etalon utilizate în determinarea concentrației de plumb în vopsele și lacuri**

| Volumul<br>luat din<br>soluția de<br>lucru 10<br>$\mu\text{g}/\text{cm}^3$ Pb ,<br>$\text{cm}^3$ | 1,0                                            | 2,0 | 3,0 | 5,0 | 7,0 | 10,0 |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|-----|-----|-----|-----|------|
| Soluție 1 %<br>acid azotic                                                                       | Se aduce până la cotă, colbe 100 $\text{cm}^3$ |     |     |     |     |      |
| Concentrația<br>primită,<br>$\mu\text{g}/\text{cm}^3$ Pb                                         | 0,1                                            | 0,2 | 0,3 | 0,5 | 0,7 | 1,0  |

Pentru determinarea metalelor toxice vopsele și lacuri (alte materiale de acoperire similare) ele întâi se mineralizează:

**3.2 Determinarea conținutului de metale toxice (Pb) în vopsele și lacuri (alte materiale de acoperire similare)**

Preventiv creuzetele se spală special – într-un pahar se pun creuzetele, se toarnă acid azotic fierbinte(1/1), se încălzesc până la fierbere, se țin vasele până la răcirea lichidului, se clătesc minimum de 3-4 ori cu apă distilată. După se prelucrează cu acid clorhidric (1/1), se clătesc cu apă distilată, se usucă. Se cântărește în creuzete 5 g vopsele și lacuri (alte materiale de acoperire similare), apoi se adaogă 2  $\text{cm}^3$  acid sulfuric concentrat. Creuzetele se pun pe reșou electric până se evaporă tot acidul și se elimină fumul. Pentru ca oxidarea substanțelor organice să se petreacă încet, creuzetele se pun în cuptor electric rece și încet se ridică temperatura (câte 100°C pe oră) până la temperatura necesară 450° C în decurs de 2-3 ore. Urmărim ca mineralizarea să fie deplină. Creuzetele se răcesc. Mineralizatul din creuzete se spală cu 10  $\text{cm}^3$  de 1 % acid azotic.

### **3.3 Determinarea conținutului de metale toxice (Pb) în vopsele, ce conțin materiale minerale și compuși cu halogeni.**

Creuzetele pregătite către investigare conform metodei descrise anterior în punctul 3.2.

Se cântărește în creuzete 5 g de produs de vopsele, apoi se adaugă 2 cm<sup>3</sup> acid sulfuric concentrat. Creuzetele se pun pe reșou electric până se evaporă tot acidul și se elimină fumul. Pentru ca oxidarea substanțelor organice să se petreacă încet, creuzetele se pun în cuptor electric rece și încet se ridică temperatura (câte 100°C pe oră) până la temperatura necesară 450° C în decurs de 2-3 ore. După răcire conținutul din creuzete se toarnă în pahar, creuzetul se clătește cu soluție de acid clorhidric 10 cm<sup>3</sup>.

În continuare concentrațiile de plumb se măsoară la spectrofotometrul cu absorbție atomică AAS-6 vario. Concentrația de plumb se determină conform curbei de etalonare.

#### **4. Estimarea rezultatelor**

$$M = (C_x - C_k) \cdot Y \cdot K / p$$

**M** - concentrația elementului mg/kg

**C<sub>x</sub>** – concentrația elementului în soluția analizată, μg/cm<sup>3</sup>

**C<sub>k</sub>** – media aritmetică a concentrației soluțiilor de control, μg/cm<sup>3</sup>

**Y** - volumul analizat, cm<sup>3</sup>

**P** - masa materialului luat pentru investigare, g

**K** – coeficientul de diluție.

**Rezultatele se păstrează pe hârtie și în format electronic.**

**Limita de detecție LOD** se calculează după formula:

$$LOD = 3 \times \text{Noise (abs.)} \times C_{\text{min/abs. min}}$$

$$LOD = 3 \times 0,001 \times 0,1 / 0,0034 = 0,09$$

Limita minimă de determinare (LOQ Limita de Quantificare) – concentrația minimă de analit care poate fi depistată în proba cu precizia acceptabilă.

$$LOQ = 3LOD, \text{ LOG} = 0,27$$

#### **Sensibilitatea metodei**

$$M = 0,1 \times 10 \times 1 / 5 = 0,2 \text{ mg/kg}$$

$$0,2 \text{ mg/kg}, \text{ CMA} - 0,0 \text{ mg/kg}$$

Calculul se îndeplinește până la prima cifră după virgulă, până la zecimi. În caz de nedepistare rezultatul se dă mai jos de sensibilitatea metodei.

$$< 0,2 \text{ mg/kg}$$

Pentru a confirma veridicitatea rezultatelor a fost propusă proba de control, introducând 3 concentrații de etalon pe matrice - vopsea, lac, colorant.

#### **5. AC/ CC**

- Pentru asigurarea calității încercărilor la o serie de probe se efectuează o proba cu adaos de plumb (adaos în limitele 0,2-1,0 mg/kg). Se verifică recuperarea la prezența

plumbului din proba cu adaos. Recuperarea trebuie să fie nu mai mică decât stabilită în metoda de încercare 80% .

- La o serie de probe, efectuate într-o zi se efectuează controlul graficului de calibrare și a unei probe cu adaos de plumb cunoscut (Diagrama de control Shewart). Măsurările controlului calității se înregistrează în Registrul controlului calității RCC 7.7-3.

## 6. Verificarea metrologică

Verificarea metrologică a mijloacelor de măsurare se efectuează o dată pe an de către *laboratorul de verificare metrologică desemnat*.

## 7. RESPONSABILITĂȚI

**Conducătorul** - supervizarea îndeplinirii procedurii;

**Managerul calității** – efectuarea auditurilor interne privind respectarea procedurii, introducerea modificărilor în procedură;

**Șeful de laborator** - răspunde de respectarea și controlul îndeplinirii procedurii date;

**Medicii-laboranți** – efectuarea investigațiilor, calcularea și eliberarea rezultatelor, calculul incertitudinii măsurărilor, validarea, înregistrarea datelor în conformitate cu cerințele în vigoare, păstrarea corectă a datelor obținute, *controlul calității rezultatelor*;

**Inginer** – asigură mentenanța planificată a aparaturii cu semnarea în registru și efectuarea verificării metrologice;

**Infiriera** – responsabilă pentru pregătirea vaselor către analiză (spălare, uscare). Îndeplinește programul de curățenie conform graficului (FPC 6.3-3).

## 8. Înregistrări

Înregistrările ca dovadă că activitățile indicate în procedură au fost efectuate sunt următoarele formulare/registre completate:

Tabelul nr. 6

### Registre și formulare de evidență

| Nr. d/o | Denumirea formularului                                                                                                                                                      | Codul Nr. | Anexa |
|---------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|-------|
| 1.      | Registrul de înregistrare a probelor și de evidență a rezultatelor examinării articolelor de uz casnic, hainelor, jucăriilor etc. din polimeri și alte materiale – formular | 332/e.    |       |
| 2.      | Registrul de lucru a investigațiilor de laborator                                                                                                                           | 242/e     |       |
| 3.      | Procese-verbale a articolelor din materiale polimerice ori alte materiale                                                                                                   | 334/e     |       |
| 4.      | Registrul rebutării eșantioanelor, materialului primit pentru investigații                                                                                                  | 394/e     |       |
| 5.      | Registrul controlului calității                                                                                                                                             | RCC 7.7-3 |       |
| 6.      | Diagrame de control Shewart                                                                                                                                                 | FCȘ 7.7-2 |       |

**Schema procedurii:**

Tabelul nr. 7

**Determinarea metalelor toxice în vopsele și lacuri prin metoda  
absorbției atomare**

|                                                                                                           |                                                                                                                                                                                                                                                                                           |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Se ia pentru<br>investigare a câte 5,0g<br>vopsele si lacuri (alte<br>materiale de acoperire<br>similare) | <i>Se mineralizează preventiv pe reșou electric (până la<br/>eliminarea totală a fumului), apoi se introduc creuzetele<br/>în cuptorul rece și se ridică temperatura câte 50°C peste<br/>fiecare 30 min. până la 450°C și se lasă probele în cuptor<br/>până la mineralizarea totală.</i> |
| Prelucrarea<br>mineralizatului                                                                            | <i>Reziduul uscat se dizolvă în soluție de acid azotic de 1 %</i>                                                                                                                                                                                                                         |
| Spectrofotorimetria cu<br>absorbție atomică                                                               | <i>Se măsoară absorbanta</i>                                                                                                                                                                                                                                                              |
|                                                                                                           | <i>Se construiesc curbele de calibrare, ca urmare se<br/>determina concentrația de metale grele</i>                                                                                                                                                                                       |