ГОСТ Р 22.3.04—96

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕЗОПАСНОСТЬ В ЧРЕЗВЫЧАЙНЫХ СИТУАЦИЯХ

КОНТРОЛЬ НАСЕЛЕНИЯ ДОЗИМЕТРИЧЕСКИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОГЛОЩЕННЫХ ДОЗ ВНЕШНЕГО ГАММА-ИЗЛУЧЕНИЯ ПО СПЕКТРАМ ЭЛЕКТРОННОГО ПАРАМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА ЗУБНОЙ ЭМАЛИ

Издание официальное

БЗ 4—96/163

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским испытательным центром радиационной безопасности космических объектов Федерального управления медико-биологических и экстремальных проблем с участием Института биофизики, Медицинского радиологического научного центра Российской академии медицинских наук, Всероссийского научно-исследовательского института физико-технических и радиотехнических измерений Госстандарта России, Всероссийского научно-исследовательского института минерального сырья, Товарищества с ограниченной ответственностью «Тритон»

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 71 «Гражданская оборона, предупреждение и ликвидация чрезвычайных ситуаций»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 16 мая 1996 г. № 320

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определения и сокращения 2
4 Сущность метода 3
5 Оборудование и материалы для проведения измерений . . . 4
6 Подготовка к проведению измерений 5
7 Проведение измерений 7
8 Обработка спектров ЭПР проб ЗЭ 7
9 Определение поглощенной дозы облучения в ЗЭ 9
10 Погрешность определения поглощенных доз по спектрам ЭПР ЗЭ 11
11 Требования безопасности 12
Приложение А Отбор, транспортирование и хранение образцов экстрагированных зубов 13
Приложение Б Анкетный лист 14
Приложение В Способы отделения и контроля степени очистки эмали от дентина при подготовке проб ЗЭ . 15
Приложение Г Способы выделения радиационного сигнала в спектре облученной ЗЭ 16
Приложение Д Графическая обработка спектров ЭПР ЗЭ . . 17
Приложение Е Расчет параметров регрессии 19
Приложение Ж Форма записи результатов измерений поглощенной дозы 20
Приложение И Энергетическая зависимость чувствительности ЗЭ к внешнему гамма-излучению 21
Приложение К Методика оценки погрешности измерения поглощенной дозы 22
Приложение Л Библиография 25

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Безопасность в чрезвычайных ситуациях

КОНТРОЛЬ НАСЕЛЕНИЯ ДОЗИМЕТРИЧЕСКИЙ

Метод определения поглощенных доз внешнего гамма-излучения по спектрам электронного парамагнитного резонанса зубной эмали

Safety in emergencies. Dosimetric control of population. Method of absorbed radiation doses measurement using ESR-spectra of tooth enamel

Дата введения 1997—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения поглощенных доз внешнего гамма-излучения по спектрам электронного парамагнитного резонанса (далее — ЭПР) образцов зубной эмали.

Стандарт применяют в лабораториях радиационного контроля, оснащенных ЭПР-спектроскопической аппаратурой, при восстановлении индивидуальных поглощенных доз от внешнего гамма-излучения у населения регионов, пострадавших в чрезвычайных ситуациях (радиационные загрязнения окружающей среды в результате аварий и катастроф, воздействие ионизирующих излучений на население в результате ядерных испытаний и инцидентов), а также у персонала ядерно-физических установок, подвергшегося неконтролируемому облучению.

Проведение массовых ЭПР-дозиметрических определений в случае ЧС дает информацию для воссоздания общей картины радиационного поражения населения в пострадавшем регионе.

ЭПР-дозиметрические определения в соответствии с настоящим стандартом должны проводиться по методикам, аттестованным согласно установленному порядку.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

Издание официальное

ГОСТ Р 22.0.02—94 Безопасность в чрезвычайных ситуациях. Термины и определения основных понятий

ГОСТ 8.010—90 Государственная система обеспечения единства измерений. Общие требования к стандартизации и аттестации методик выполнения измерений

ГОСТ 8.207—76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

ГОСТ 12.1.006—84 Система стандартов безопасности труда. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20282—86 Полистирол общего назначения ПСМ-111

ГОСТ 22090.1—93 Инструменты стоматологические вращающиеся. Часть 1. Боры стальные и твердосплавные

ГОСТ 22090.2—93 Инструменты стоматологические вращающиеся. Часть 2. Боры стальные и твердосплавные для окончательной обработки (финиры)

ГОСТ 24104—88Е Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82Е Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

3.1 В настоящем стандарте применяют термины со следующими определениями:

3.1.1 чрезвычайная ситуация; ЧС — по ГОСТ Р 22.0.02;

3.1.2 парамагнитные центры вещества: Атомы или молекулы с неспаренным электроном, т. е. обладающие магнитным моментом;

3.1.3 электронный парамагнитный резонанс; ЭПР: явление поглощения энергии сверхвысокочастотного (1—10 ГГц) излучения (СВЧ) парамагнитными центрами вещества, помещенного в магнитное поле, при некотором определенном для данных парамагнитных центров значении магнитного поля;

3.1.4 g-фактор: Основная радиоспектроскопическая характеристика парамагнитных центров, связанная с их магнитным моментом и позволяющая проводить их идентификацию при анализе кривой поглощения СВЧ-спектра ЭПР вещества;

3.1.5 зубная эмаль; ЗЭ: Апатитоподобное вещество поликристаллической структуры с незначительной примесью органических соединений, обусловливающих в спектре ЭПР ЗЭ фоновый (нативный) сигнал в виде широкого пика поглощения с максимумом в диапазоне $g = 2{,}006—2{,}003$;

3.1.6 радиационный сигнал: Узкий анизотропный пик в спектре ЭПР, обусловленный радиационно-индуцированными парамагнитными центрами (РПЦ), возникающими в кристаллической структуре облученной ЗЭ, с нормальной составляющей этого сигнала при $g = 2{,}0018$ и параллельной составляющей при $g = 1{,}997$;

3.1.7 интенсивность радиационного сигнала: Спектральный параметр, зависящий от концентрации РПЦ в измеряемой пробе, с использованием в качестве его меры амплитуды нормальной составляющей радиационного сигнала или второго интеграла от кривой радиационного сигнала за вычетом вклада нативного сигнала;

3.1.8 рабочий Эталон поглощенной дозы в облученной зубной эмали; РЭ ПДОЗЭ: Аттестованный образец облученной смеси ЗЭ с заданной поглощенной дозой, полученной от внешнего источника гамма-излучения (Со-60), входящего в состав Государственного первичного эталона мощности поглощенной дозы фотонного ионизирующего излучения.

4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

4.1 В рассматриваемом методе ЗЭ представляется в качестве индивидуального природного дозиметра — накопительного детектора, в кристаллической решетке которого под воздействием ионизирующего излучения образуются и длительное время сохраняются неспа-

ренные электроны. Прикрывающая ЗЭ ткань человеческих губ соответствует существующим единым требованиям, предъявляемым к индивидуальному дозиметрическому контролю проникающего излучения путем его измерения на глубине 1 г/см^2 от поверхности тела.

Сущность метода определения поглощенных доз внешнего гамма-излучения (далее — поглощенных доз) заключается в измерении интенсивности сигналов ЭПР от стабильных во времени РПЦ, образующихся в кристаллической структуре ЗЭ в количествах, пропорциональных поглощенной дозе облучения.

4.2 Особенность метода дозиметрии по спектрам ЭПР зубной эмали заключается в нахождении индивидуального коэффициента радиационной чувствительности ЗЭ f в результате последовательного дооблучения (и соответствующих ЭПР-измерений) каждой пробы на аттестованном источнике гамма-излучения с соблюдением условий равновесия вторичных электронов. На основе линейной экстраполяции дозовой зависимости радиационного сигнала к его нулевому значению определяется первоначальная поглощенная доза облучения образца.

При восстановлении доз гамма-излучения, воздействующего на человека, с предполагаемой энергией не менее 0,4 Мэв применяются облучатели с ^{137}Cs и ^{60}Co. В случае меньших энергий при использовании указанных облучателей необходимо учитывать энергетическую зависимость чувствительности эмали.

4.3 При проведении массовых измерений спектров ЭПР образцов ЗЭ возможно применение ускоренного способа приближенной оценки поглощенной дозы. Ускоренный способ основан на использовании аттестованного РЭ ПДОЗЭ с усредненным значением радиационной чувствительности ЗЭ, с помощью которого проводится нормировка интенсивности радиационных сигналов в измеряемых спектрах ЭПР ЗЭ.

5 ОБОРУДОВАНИЕ И МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Для проведения измерений применяют:

— спектрометр ЭПР (длина волны 3 см) с аттестованной (по паспорту) чувствительностью не хуже $2 \cdot 10^{14}$ спинов/Тл;

— рабочий эталон поглощенной дозы [1] в облученной ЗЭ;

— облучательная установка с аттестованными источниками гамма-излучения радионуклидов ^{137}Cs или ^{60}Co;

— электрическая портативная бормашина типа БЭПБ-06 или техническая бормашина типа БТ-1-12 с гибким рукавом;
— зубоврачебные боры — по ГОСТ 22090.1, ГОСТ 22090.2;
— весы лабораторные общего назначения и образцовые — по ГОСТ 24104 или весы торсионные ВТ-500;
— ступка с пестиком фарфоровая — по ГОСТ 9147;
— эксикатор с влагопоглощающими наполнителями — по ГОСТ 25336;
— ампулы полистироловые — по ГОСТ 20282;
— ампулы стеклянные кварцевые тонкостенные — по ГОСТ 19908;
— 4 %-ный раствор формалина — по ГОСТ 1625;
— ацетон — по ГОСТ 2603;
— спирт этиловый — по ГОСТ 18300;
— вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

6 ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 Подготовка проб ЗЭ

6.1.1 Предварительные операции, связанные с удалением, транспортированием и хранением образцов зубов, выполняют в соответствии с приложением А.

6.1.2 Сопроводительный документ к удаленным по медицинским показаниям зубам (анкетный лист) заполняется врачом-стоматологом в соответствии с приложением Б.

6.1.3 Зуб очищают механическим удалением остатков органических веществ, зубного камня и пигментированных вкраплений, которые сошлифовывают с помощью зубоврачебного бора, и последовательно промывают в ацетоне, воде и спирте. При механической обработке эмали недопустимо использование инструментов и материалов с парамагнитными свойствами.

6.1.4 Очищенный зуб распиливают под струей воды с помощью алмазного отрезного диска на две части: верхнюю, покрытую эмалью, и корень. Верхнюю половину зуба распиливают вдоль вертикальной оси на две или четыре части в зависимости от его формы.

6.1.5 Отделение эмали от дентина и последующий контроль степени очистки эмали от дентина выполняют в соответствии с приложением В.

При любой механической обработке следует избегать локальных перегревов образцов ЗЭ. Не допускается оставлять в пробе ЗЭ вкраплений дентина.

6.1.6 Полученные осколки ЗЭ измельчают в ступке. Размеры зерен должны быть не менее 0,5 мм и не более 1,0 мм в поперечнике. Измельчение ЗЭ до состояния пыли не допускается.

6.1.7 Подготовленные зерна эмали обезжиривают последовательным промыванием в ацетоне, дистиллированной воде и спирте и высушивают при комнатной температуре в эксикаторе.

6.1.8 Из очищенной ЗЭ готовят навески массой от 50 до 100 мг в зависимости от общего количества ЗЭ, получаемой из зуба. Массу пробы определяют взвешиванием. При подготовке пробы ЗЭ рекомендуют оставлять параллельную пробу для возможного контрольного анализа.

6.1.9 После завершения подготовительных операций пробу ЗЭ размещают в ампуле и выдерживают не менее суток перед измерениями на спектрометре ЭПР.

6.2 Подготовка спектрометра ЭПР

6.2.1 Подготовку спектрометра ЭПР к работе выполняют в соответствии с нормативной документацией по его эксплуатации, контролируя при этом стабильность магнитного поля, частоту и уровень мощности СВЧ.

6.2.2 Параметры регистрации спектров (постоянная времени, количество накоплений, время регистрации) выбирают с учетом типа спектрометра и используемого резонатора и с условием, что при этом не происходит насыщения сигнала РПЦ и возрастания сигнала от неконтролируемых парамагнитных примесей при амплитуде модуляции поля не более 0,4 мТл.

6.2.3 Выбор оптимальных параметров регистрации рабочих спектров ЭПР осуществляют в области значений g-факторов 1,9970—2,0055. В процессе измерений дополнительный контроль стабильности работы спектрометра рекомендуют осуществлять путем регулярного измерения образцового материала двухвалентного марганца с нахождением суперпозиции радиационного и нативного сигналов ЗЭ в центре спектра между 3-й и 4-й реперными линиями Mn^{2+}, размещающимся на левом и правом концах спектра.

6.3 Подготовка ампул, предназначенных для размещения проб ЗЭ при ЭПР-измерениях

6.3.1 Предварительную проверку измерительных ампул на отсутствие в них паразитных сигналов выполняют на ЭПР-спектрометре

при максимальном усилении спектрометра с выбранными оптимальными режимами измерений при изменении g-фактора от 1,9970 до 2,0055.

6.3.2 Отобранные ампулы промывают в дистиллированной воде, ополаскивают спиртом и высушивают при комнатной температуре в эксикаторе с влагопоглотителем, где хранят до использования их в работе.

6.3.3 Ампулы нумеруют и закрепляют за каждой пробой ЗЭ на весь цикл измерений.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Измерение спектров ЭПР проб ЗЭ

7.1.1 Ампулу с подготовленной пробой ЗЭ помещают в резонатор спектрометра ЭПР, выдерживая постоянную глубину погружений.

7.1.2 Спектр ЭПР исследуемой пробы ЗЭ измеряют в соответствии с нормативной документацией по эксплуатации спектрометра ЭПР.

7.1.3 Спектр ЭПР записывают таким образом, чтобы ширина низко- и высокопольных участков спектра, удаленных от суперпозиции спектра органики и РПЦ, в 3—4 раза превышала ширину спектра эмали.

7.1.4 Измерение спектра пробы ЗЭ осуществляют в режиме накопления данных в памяти ЭВМ в результате многократных измерений.

7.1.5 Спектр ЭПР пробы ЗЭ с соответствующими техническими данными (номером пробы, массы образца, даты измерения и т. д.) записывают в память ЭВМ или другого регистрационного устройства.

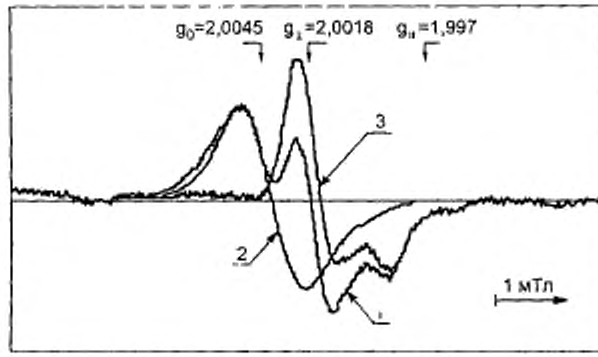
7.2 В процессе длительных измерений контроль за стабильностью работы спектрометра периодически осуществляют в соответствии с нормативной документацией по его эксплуатации.

8 ОБРАБОТКА СПЕКТРОВ ЭПР ПРОБ ЗЭ

8.1 Математическую обработку спектров ЭПР осуществляют с помощью пакета обрабатывающих программ, входящих в основную программу управления спектрометром и состоящих из следующих основных операций:

8.1.1 Коррекцию базовой линии проводят путем вычитания из измеренного спектра полинома, подогнанного методом наименьших квадратов под базовую линию.

8.1.2 В суперпозиции сигналов ЭПР находят вклад сигнала РПЦ, вычитая из откорректированного спектра фоновый сигнал, обусловленный нативным сигналом (рисунок 1), в соответствии с приложением Г.



1 — исходный спектр, *2* — спектр нативного сигнала; *3* — спектр сигнала РПЦ, полученный в результате вычитания нативного сигнала из исходного спектра

Рисунок 1 — Спектр ЭПР образца ЗЭ, облученного дозой 2 Гр от источника гамма-излучения ^{60}Co

8.1.3 При определении интенсивности чистого радиационного сигнала, пропорциональной концентрации РПЦ в пробе ЗЭ, в обрабатывающих программах используют один из двух подходов:

— измеряют амплитуды радиационного сигнала в нормальной и параллельной составляющей анизотропного пика поглощения и затем их суммируют;

— вычисляют второй интеграл от кривой радиационного сигнала *3*, полученного в результате вычитания нативного сигнала *2* из исходного спектра *1* (рисунок 1).

8.2 Для спектрометров с выводом спектров ЭПР на графопостроитель или самописец обработку спектрограмм осуществляют вручную, измеряя амплитуду нормальной составляющей радиационного сигнала в соответствии с приложением Д.

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ ИЗЛУЧЕНИЯ В ЗЭ

9.1 Определение поглощенной дозы методом дооблучения для учета индивидуальной радиационной чувствительности пробы ЗЭ

9.1.1 Пробу ЗЭ после измерения спектра ЭПР извлекают из ампулы и помещают в кассету со стенками из тканеэквивалентного покрытия толщиной 1 г/см^2, обеспечивающей условия электронного равновесия в процессе дооблучения пробы на установке облучательной с аттестованным источником гамма-излучения радионуклидов ^{137}Cs или ^{60}Co.

9.1.2 Необходимую дозу облучения обеспечивают соответствующим подбором времени облучения и расстояния от кассеты с пробой до источника гамма-излучения. В каждом сеансе осуществляют дополнительный контроль дозы облучения по индивидуальным термолюминесцентным дозиметрам, помещаемыми в кассету вместе с исследуемыми пробами, или с помощью аттестованного дозиметра.

9.1.3 Шаг дооблучения определяют, исходя либо из значения дозы D, оцениваемого по результатам измерений по 8,1 или 8.2, либо из значения D, предварительно найденного в результате экспресс-анализа в соответствии с 9.2. Шаг выбирают в пределах 1—3 D.

9.1.4 Пробу ЗЭ после каждого облучения выдерживают в эксикаторе в течение суток, после чего измеряют ее спектр ЭПР в соответствии с 7.1.

9.1.5 Число точек дооблучения должно быть не менее 4. Число измерений спектров ЭПР в каждой точке на кривой дооблучения должно быть не менее 2 (рисунок 2). Общее число сопряженных ЭПР-измерений каждой пробы с учетом измерений пробы перед дооблучением должно быть не менее 10.

9.1.6 Интенсивность радиационного сигнала I_i в исследуемой пробе ЗЭ определяют после каждого сеанса дооблучения i по методике обработки измеренных спектров ЭПР в соответствии с 8.1.3 или 8.2.

9.1.7 По результатам измерений I_i для каждой пробы устанавливают соответствие этих значений значениям D_i, равным суммарной дозе дооблучения на каждом сеансе, при этом значениям интенсивностей, получаемых без дооблучения, соответствуют значения D, равные нулю.

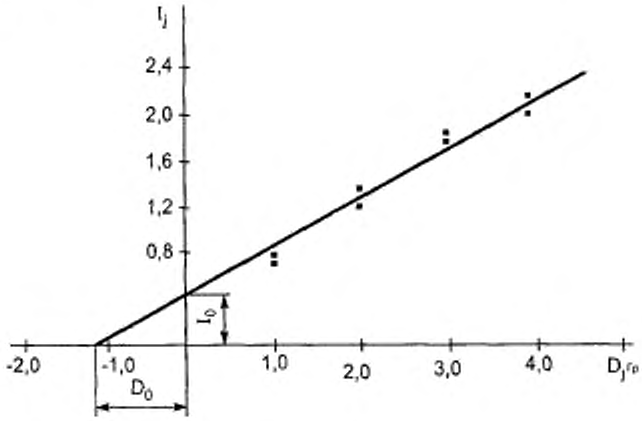


Рисунок 2 — Восстановление первоначальной поглощенной дозы D_0 в ЗЭ методом последовательного дооблучения исследуемого образца заданными дозами D_j (I_j — интенсивность сигнала РПЦ в условных единицах)

9.1.8 Для полученного набора пар (I_j, D_j) составляют уравнение линейной регрессии

$$I = I_0 + fD, \qquad (1)$$

параметры которого (I_0, f) вычисляют по формулам Е.1 и Е.2 приложения Е.

9.1.9 Искомую начальную дозу D_0, мГр, накопленную в исследуемой пробе ЗЭ, рассчитывают по формуле

$$D_0 = I_0/f. \qquad (2)$$

9.1.10 Результаты измерений доз облучения оформляют в лабораторном журнале (или в виде протокола) в соответствии с приложением Ж.

9.2 Ускоренный способ определения поглощенной дозы с использованием РЭ ПДОЗЭ с ус-

реднесенным значением радиационной чувствительности

Накопленную в ЗЭ поглощенную дозу D, мГр, вычисляют по интенсивности радиационного сигнала $I_{рг}$, нормированной на массу пробы $P_{рг}$ и на интенсивность сигнала РЭ ПДОЗЭ $I_{и}$, по формуле

$$D = k_1 \cdot k_2 \cdot P_{и} \cdot I_{рг} / P_{рг} \cdot I_{и}, \qquad (3)$$

где $I_{рг}$ и $I_{и}$ определяют в соответствии с 8.1.3 или 8.2 в условных единицах;

k_1 — калибровочный коэффициент пересчета дозы по отношению к РЭ ПДОЗЭ для установленных параметров режима работы спектрометра ЭПР;

k_2 — зависящий от массы образца поправочный коэффициент, определяемый геометрическими размерами образца и изменением добротности резонатора. Для рабочего диапазона масс исследуемых проб ЗЭ 50—150 мг k_2 практически не отличается от единицы.

9.3 Анализ результатов определения в ЗЭ поглощенных доз облучения

9.3.1 Переход от поглощенной в ЗЭ дозы (9.1, 9.2) к обобщенным дозиметрическим характеристикам воздействия излучения на человека осуществляют в соответствии с нормативными документами по радиационной безопасности [2] и санитарным правилам [3] с учетом как радиационной предыстории, отраженной в сопроводительной анкете донора (приложение Б), так и реального изотопно-спектрального состава загрязнения окружающей среды.

9.3.2 При определении поглощенных доз от внешнего гамма-излучения для энергий менее 0,2 Мэв с использованием методики дооблучения согласно 9.1 учитывают энергетическую зависимость чувствительности ЗЭ к гамма-излучению in situ, представленную в приложении И.

10 ПОГРЕШНОСТЬ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОГЛОЩЕННЫХ ДОЗ ПО СПЕКТРАМ ЭПР ЗЭ

10.1 Суммарная погрешность определения поглощенных в ЗЭ доз при доверительной вероятности 0,95 в соответствии с нормативными требованиями к индивидуальному дозиметрическому контролю внешнего облучения [4] должна быть, %, не более:

100 — для диапазона доз 0,05—0,1 Гр;

50 » » » 0,1 —0,2 Гр;

40 » » » 0,2—0,5 Гр;
30 » » » свыше 0,5 Гр.

Примечание — При оценке доз острого облучения в сроки, не превышающие 2 мес, погрешность не должна превышать 20 %.

10.2 При определении поглощенной дозы методом дооблучения в соответствии с 9.1 (по ГОСТ 8.010 — реализация индивидуальной методики выполнения измерений) способ оценки суммарной погрешности измерения начальной дозы облучения приведен в приложении К.

10.3 При определении поглощенной дозы ускоренным способом в соответствии с 9.2 (по ГОСТ 8.010 — реализация типовой методики выполнения измерений) суммарная погрешность в основном складывается из погрешности определения интенсивности сигнала РПЦ и погрешности, обусловленной неопределенностью индивидуальной чувствительности ЗЭ при использовании в анализе РЭ ПД ОЗЭ с усредненным значением f (приложение К). Последняя погрешность, полученная на основе анализа результатов измерения радиационной чувствительности для статистически значимого массива образцов ЗЭ, не превышает 0,25.

11 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

11.1 При работе на спектрометре ЭПР обслуживание электроустановок с высоким напряжением — в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

11.2 Работа с СВЧ генератором и СВЧ трактом спектрометра ЭПР в соответствии с ГОСТ 12.1.006.

11.3 Работа с ацетоном — в соответствии с ГОСТ 2603.

11.4 Работа со спиртом этиловым — в соответствии с ГОСТ 18300.

11.5 Работа с лабораторной посудой в соответствии с ГОСТ 9147 и ГОСТ 19908.

11.6 Работа с зубоврачебным бором в процессе распилки зубов и выделения эмали — в соответствии с ГОСТ 22090.1, ГОСТ 22090.2.

11.7 При облучении проб эмали зубов на лабораторных источниках гамма-излучения следует соблюдать правила техники безопасности при работе с источниками ионизирующего излучения, предусмотренные действующими Основными санитарными правилами[1].

[1] После процесса дооблучения пробы ЗЭ радиационной опасности не представляют.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

ОТБОР, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ ОБРАЗЦОВ ЭКСТРАГИРОВАННЫХ ЗУБОВ

А.1 Удаленный у пациента по медицинским показаниям зуб кладут на 2—3 ч в 4 %-ный раствор формалина. Обеззараженный удаленный зуб помещают в отдельную стеклянную или полиэтиленовую тару (флаконы вместимостью 25—100 $см^3$).

А.2 Подготовленный образец сопровождают анкетным листом, заполненным врачом-стоматологом в соответствии с приложением Б.

А.3 При отборе зубов исключают образцы зубов с сильно стершейся или поврежденной эмалью, а также с установленными на них металлическими коронками. В случае удаления у пациента нескольких зубов их упаковывают вместе в одном флаконе.

А.4 Для анализа преимущественно используют зубы, расположенные в задней части челюсти (моляры и премоляры), не подвергающиеся воздействию прямого солнечного света.

А.5 При транспортировании очередных партий зубов с места отбора до лаборатории радиационного контроля исключают какую-либо вероятность их рентгеновского просвечивания в процедуре багажного досмотра в аэропорту.

А.6 Зубы, поступающие в лабораторию радиационного контроля, во избежание их высыхания хранят в холодильнике в тарных флаконах, заполняемых дистиллированной водой.

А.7 Отобранные образцы зубов сохраняют в условиях, исключающих воздействие прямого солнечного освещения и искусственных источников света, содержащих ультрафиолетовый компонент в спектре излучения.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

АНКЕТНЫЙ ЛИСТ

1 Фамилия, имя, отчество
2 Год рождения
3 Место жительства
4 Место жительства в период воздействия излучения
5 Характер работы (профессия) в период воздействия излучения
6 Имеющиеся сведения о профессиональном облучении по месту работы
7 Сведения о локальных облучениях зубов и головы (делались ли и сколько раз рентгеновские снимки) при медицинских обследованиях (по истории болезни и/или со слов пациента)
8 На схеме расположения зубов кружком указать зуб(ы), направляемые для измерений. Указать крестом соседние отсутствующие зубы, звездочкой — зубы с коронкой (протез)

				+		★									
8	7	⑥	5	4	3	2	1	1	2	3	4	5	6	7	8
8	7	6	5	4	3	2	1	1	2	3	4	5	6	7	8

9 Номер регистрационной карты, истории болезни
10 Номер, серия, дата выдачи (кем выдан) паспорта или удостоверения личности
11 Название (номер) поликлиники или больницы
12 Фамилия, имя, отчество врача-стоматолога

« » _ _ _ _ _ 199 г.

подпись врача
м. п.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

СПОСОБЫ ОТДЕЛЕНИЯ И КОНТРОЛЯ СТЕПЕНИ ОЧИСТКИ ЭМАЛИ ОТ ДЕНТИНА ПРИ ПОДГОТОВКЕ ПРОБ ЗЭ

Отделение эмали от дентина осуществляют несколькими способами.

В.1 Механический способ. С помощью бормашины со сменными алмазными головками различной формы под струей воды или в ванне под водой проводят полное удаление дентина.

Степень очистки эмали от дентина контролируют визуально по их заметно контрастирующему цвету на срезе зуба: в отличие от белой эмали с голубоватым или сероватым оттенком для дентина характерны матовость и цвет, напоминающий цвет шероховатого белого мрамора.

В.2 Химический способ. Части распиленного зуба, покрытые эмалью, погружают в 30 %-ный раствор NaOH и подвергают в нем обработке ультразвуком в течение 2—3 ч. После этой обработки размягченный дентин удаляют алмазным бором из всех складок ЗЭ.

Выделенную эмаль вторично обрабатывают ультразвуком в 30 %-ном растворе NaOH в течение 10—12 ч после измельчения пробы ЗЭ в агатовой или фарфоровой ступке до размеров зерна приблизительно 0,5 мм. Полученный порошок 8—10 раз в течение 5 мин обрабатывают ультразвуком в дистиллированной воде. Для удаления поверхностных дефектов ЗЭ травят 10—20 мин в 10 %-ной уксусной кислоте. Далее ЗЭ тщательно промывают несколько раз в дистиллированной воде и сушат в вакууме в течение 2—3 ч.

Контроль степени очистки ЗЭ от дентина проводят по интенсивности фонового сигнала в спектре ЭПР, обусловленного радикалами органической матрицы эмали и остатками дентина.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(справочное)

СПОСОБЫ ВЫДЕЛЕНИЯ РАДИАЦИОННОГО СИГНАЛА В СПЕКТРЕ ОБЛУЧЕННОЙ ЗЭ

При обработке спектра облученной ЗЭ апроксимацию нативного сигнала в процессе его отделения от радиационного сигнала осуществляют несколькими способами.

Г.1 Математическое моделирование нативного сигнала.

К свободному от перекрытия с радиационным сигналом участку спектра органики методом максимального правдоподобия подгоняют линию формы Лоренца или Гаусса, оценивают ее параметры и вычитают оцененную кривую из спектра суперпозиции сигналов. Полученный в результате вычитания разностный спектр представляет собой определяемый радиационный сигнал РПЦ ЗЭ.

Г.2 Моделирование спектра ЭПР необлученной ЗЭ

В соответствии с разделом 8 измеряют и обрабатывают реальные спектры нескольких десятков образцов эмали детских зубов, не подвергавшихся рентгеновскому облучению при диагностике и имеющих минимальное количество РПЦ, обусловленных фоновым излучением (с поглощенной дозой менее 10 мГр). В качестве модели нативного сигнала используют их среднеарифметический спектр, который предварительно вводят в оперативную память ЭВМ.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д
(справочное)

ГРАФИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА СПЕКТРОВ ЭПР ЗЭ

Д.1 Определение амплитуды радиационного сигнала (его нормальной составляющей) при графической обработке осуществляют в следующей последовательности.

Д.1.1 Находят максимум сигнала органики и проводят линию перпендикулярную к базовой линии $O—O'$ (линия AA_0 на рисунке Д.1). На половине ее высоты проводят линию $B_1A_1B_1'$, параллельную $O—O'$, до пересечения с огибающей. Из точек B_1 и B_1' на линию $O—O'$ опускают перпендикуляры и измеряют (в сантиметрах) отрезки AC_1 и AC_1', отсекаемые ими на линии $O—O'$.

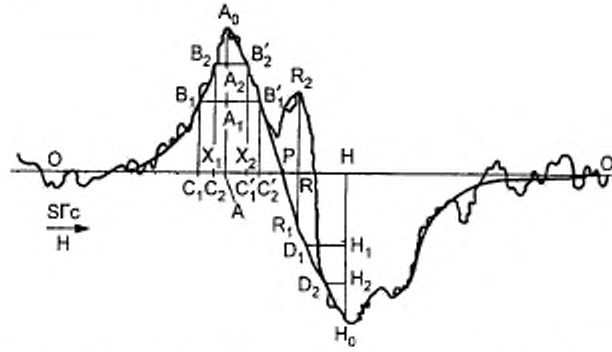


Рисунок Д.1 — Схема графической обработки спектра ЭПР образца ЗЭ после коррекции базовой линии $O-O'$

Д.2 Значение полуширины на полувысоте Γ лоренцовской линии для сигнала органики находят с помощью уравнения

$$\Gamma\sqrt{3} + \frac{x_1}{(\Gamma\sqrt{3}+x_2)} = \frac{(\Gamma^2+(\Gamma\sqrt{3}+x_1)^2)^2}{\Gamma^2+(\Gamma\sqrt{3}+(\Gamma\sqrt{3}-x_2)^2)^2}, \qquad (Д.1)$$

где $x_1 = AC_1$, $x_2 = AC_1'$.

Уравнение решают методом итераций.

Д.2.1 Операцию с нахождением величины Γ повторяют для других значений x_1 и x_2, деля отрезок A_1A_0 пополам. Потом делят четверть отрезка A_1A_0 пополам и т. д. Операцию по нахождению значения Γ проводят не менее трех раз. Находят среднее значение для Γ.

Д.2.2 Для найденного среднего значения Γ вычисляют точку P (рисунок Д.1), где линия органики должна была бы пересечь базовую линию $O—O'$ (в случае отсутствия спектра РПЦ), в соответствии с формулой:

$$AP = \sqrt{3} \cdot \Gamma. \qquad (Д.2)$$

Д.3 На базовой линии $O—O'$ откладывают отрезок PH, равный отрезку AP, из точки H опускают перпендикуляр до пересечения с огибающей в точке H_0, при этом $HH_0 = AA_0$.

Д.4 На половине высоты отрезка HH_0 из точки H_1 проводят линию, параллельную $O—O'$, в направлении точки O (противоположном направлению развертки поля H) и на этой линии откладывают отрезок H_1D_1, равный отрезку A_1B_1.

Д.5 Отрезок H_0H_1 делят пополам, из точки H_2 проводят линию, параллельную $O—O'$, в направлении, обратном развертке магнитного поля H. Повторяют операцию по Д.1 три раза.

Д.6 Полученные точки H_3, D_i ($i = 1—3$), P и B_1' соединяют с помощью лекала.

Д.7 На прямой $O—O'$ откладывают отрезок AR, равный расстоянию между максимумом сигнала органики ($g = 2{,}0055$) и сигналом от РПЦ ($g = 2{,}0018$), которое заранее измеряют по спектрам РЭ ПДОЗЭ.

Д.8 Проводят перпендикуляр из точки R в обе стороны от $O—O'$ до пересечения с экстраполированным спектром органики (точка R_1) и с огибающей спектра эмали (точка R_2).

Д.9 Измеряют отрезок R_1R_2, который принимают за искомую амплитуду радиационного сигнала

ПРИЛОЖЕНИЕ Е
(справочное)

РАСЧЕТ ПАРАМЕТРОВ РЕГРЕССИИ

Параметры регрессии I_0, f рассчитывают с помощью метода наименьших квадратов по формулам:

$$I_0 = \frac{\sum\limits_{j=1}^{N} I_j \sum\limits_{j=1}^{N} D_j^2 - \sum\limits_{j=1}^{N} I_j D_j \sum\limits_{j=1}^{N} D_j}{N \sum\limits_{j=1}^{N} D_j^2 - (\sum\limits_{j=1}^{N} D_j)^2}; \qquad \text{(Е.1)}$$

$$f = \frac{N \sum\limits_{j=1}^{N} D_j I_j - \sum\limits_{j=1}^{N} D_j \sum\limits_{j=1}^{N} I_j}{N \sum\limits_{j=1}^{N} D_j^2 - (\sum\limits_{j=1}^{N} D_j)^2}, \qquad \text{(Е.2)}$$

где N — число проведенных дооблучений.

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж
(рекомендуемое)

ФОРМА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ

Номер образца	Поглощенная доза облучения, мГр	Средняя квадратическая погрешность измерения дозы, %

ПРИЛОЖЕНИЕ И
(обязательное)

ЭНЕРГЕТИЧЕСКАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ЗЭ К ВНЕШНЕМУ ГАММА-ИЗЛУЧЕНИЮ

Концентрация РПЦ в ЗЭ и пропорциональная ей интенсивность (I) радиационного сигнала в спектре ЭПР зависит от энергии ионизирующего излучения. Особенно заметно эта зависимость проявляется при энергиях гамма-квантов менее 0,2 Мэв. В связи с этим энергетическая зависимость чувствительности ЗЭ, облученной в свободной геометрии, существенно отличается от таковой для эмали зуба в челюсти (in situ), находящейся за слоем 1 г/см^2 ткани. Поэтому именно последнюю зависимость, приведенную на рисунке И.1, табулированные значения которой представлены в таблице И.1, учитывают при определении поглощенной дозы.

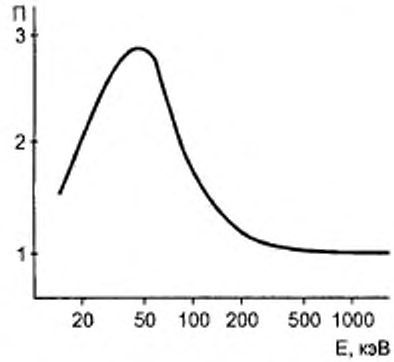


Рисунок И.1 — Зависимость радиационной чувствительности ЗЭ in situ от энергии гамма-излучения

Таблица И.1

E, кэВ	20	50	100	200	500	1000
П, отн. ед.	1,90	2,75	1,96	1,25	1,04	1,00

ПРИЛОЖЕНИЕ К
(справочное)

МЕТОДИКА ОЦЕНКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ

К.1 Относительную суммарную погрешность измерения [5] поглощенной дозы D_0 рассчитывают по формуле

$$\tilde{\sigma}_{r,D_0} = 2\sqrt{\tilde{\sigma}^2_{r,I} + \tilde{\sigma}^2_{r,*}} + \tilde{\sigma}^2_{d,D}, \qquad (К.1)$$

где $\tilde{\sigma}_{r,I}$ — относительная средняя квадратическая погрешность измерения интенсивности сигнала РПЦ методом ЭПР-спектрометрии;

$\tilde{\sigma}_{r,*} = \tilde{\sigma}_{r,\text{м.п.к}}$ — относительная суммарная средняя квадратическая погрешность измерения величин f и I_0 (при анализе с использованием метода дооблучения в соответствии с 9.1);

$\tilde{\sigma}_{r,*} = \tilde{\sigma}_{r,k_1}$ — относительная средняя квадратическая погрешность используемого универсального калибровочного коэффициента k_1 (при использовании ускоренного способа анализа в соответствии с 9.2).

$\tilde{\sigma}_{d,D}$ — относительная неисключенная систематическая погрешность измерения дозы.

К.2 $\tilde{\sigma}_{r,\text{м.п.к}}$ рассчитывают по формуле

$$\tilde{\sigma}_{r,\text{м.п.к}} = \sqrt{\tilde{\sigma}^2_{r,f} + \tilde{\sigma}^2_{r,I_0}} = \sqrt{\tilde{\sigma}^2_{f/f^2} + \tilde{\sigma}^2_{I_0/I_0^2}}, \qquad (К.2)$$

где σ_f, σ_{I_0} — дисперсии коэффициентов f и I_0, определяемых методом наименьших квадратов.

К.3 σ^2_f и $\sigma^2_{I_0}$ рассчитывают по формулам

$$\sigma^2_{I_0} = \left[1/N + \frac{\overline{D}^2}{\sum_{j=1}^{N}(D_j - \overline{D})^2}\right] S^2, \qquad (К.3)$$

$$\sigma_f^2 = \left[\sum_{j=1}^{N}(D_j - \overline{D})^2\right]^{-1} S^2; \qquad \text{(К.4)}$$

$$\overline{D} = 1 / N \sum_{j=1}^{N} D_j, \qquad \text{(К.5)}$$

где N — число экспериментальных точек на кривой дооблучения;

S^2 — остаточная дисперсия, характеризующая среднее квадратическое отклонение от прямой дооблучения, построенной методом наименьших квадратов.

S^2 определяют по формуле

$$S^2 = \frac{1}{N-2}\left[\sum_{j=1}^{N} I_j^2 - I_0 \sum_{j=1}^{N} I_j - f \sum_{j=1}^{N} I_j D_j\right] \qquad \text{(К.6)}$$

К.4 Для выбранного значения доверительной вероятности $100(1 - \gamma)$ % оценка соответствующего доверительного интервала для значения I_0 имеет вид:

$$I_0 - t_{N-2};\ 1-g/2\cdot\sigma_{I_0} < I_0 < I_0 + t_{N-2};\ 1-g/2\cdot\sigma_{I_0}. \qquad \text{(К.7)}$$

Оценку границ доверительного интервала для f проводят по формуле

$$f - t_{N-2};\ 1 - g/2\cdot\sigma_f < f < f + t_{N-2};\ 1 - g/2\cdot\sigma_f \qquad \text{(К.8)}$$

К.5 Для определения $\tilde{\sigma}_{r,I}$ используют формулу

$$\tilde{\sigma}_{r,I} = \sqrt{\tilde{\sigma}^2_{r,I_{st}} + \tilde{\sigma}^2_{r,I_{pr}} + \tilde{\sigma}^2_{r,P_{st}} + \tilde{\sigma}^2_{r,P_{pr}} + 2\tilde{\sigma}^2_{r,K}}, \qquad \text{(К.9)}$$

где $\tilde{\sigma}_{r,I_{st}}$ и $\tilde{\sigma}_{r,I_{pr}}$ — относительные средние квадратические погрешности измерения амплитуды реперных линий в РЭ ПДОЗЭ и исследуемой пробе;

$\tilde{\sigma}_{r,P_{st}}$ и $\tilde{\sigma}_{r,P_{pr}}$ — относительные средние квадратические погрешности масс навесок РЭ ПДОЗЭ и исследуемой пробы, соответственно;

$\tilde{\sigma}_{r,K}$ — относительная средняя квадратическая погрешность значений коэффициентов усиления спектрометра.

К.6 Относительные средние квадратические погрешности определения интенсивности радиационного сигнала и определения массы навесок пробы определяют экспериментально для данного спектрометра из числа n параллельных анализов по m навескам.

$\tilde{\sigma}_{r,I_{pr}}$ и $\tilde{\sigma}_{r,P_{pr}}$ определяют с помощью выражения:

$$\sigma_{r,I_{pr}\text{ или }P_{pr}} = \frac{\sqrt{\dfrac{\sum\limits_{i=1}^{m}\sum\limits_{j=1}^{n} I_{i,j}^2 - \sum\limits_{j=1}^{m}\left(\sum\limits_{j=1}^{n} I_{i,j}\right)^2}{m(n-1)}}}{\dfrac{\sum\limits_{i=1}^{m}\sum\limits_{j=1}^{n}\dfrac{I_{i,j}}{mn}}} \cdot 100\,\%. \qquad \text{(К.10)}$$

К.7 $\tilde{\sigma}_{r,k}$ вычисляют как отношение $(k_p/k_1)\cdot 100$ % (k_p — реальный коэффициент усиления, k_1 — номинальный коэффициент усиления, определяемый по оцифровке показаний спектрометра).

К.8 Неисключенную систематическую погрешность измерения поглощенной дозы $\tilde{\sigma}_{d,D}$ рассчитывают по формуле

$$\tilde{\sigma}_{d,D} = \sqrt{\tilde{\sigma}_{1,d}^2 + \tilde{\sigma}_{2,d}^2}, \qquad \text{(К.11)}$$

где $\tilde{\sigma}_{1,d}$ — неисключенная систематическая погрешность измерения РЭ ПДОЭЭ;

$\tilde{\sigma}_{2,d}$ — неисключенная систематическая погрешность результатов анализа, полученная при сравнении результатов ЭПР-дозиметрии по ЗЭ с дозой, измеренной у того же человека другим способом.

$\sigma_{1,d}$ определяют в том случае, если есть данные второго метода.

ПРИЛОЖЕНИЕ Л
(информационное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ-4381—001—08627448—95	Рабочий эталон поглощенной дозы в облученной зубной эмали РЭ ПД ОЗЭ
[2] НРБ-76/87	Нормы радиационной безопасности
[3] ОСП-72/87	Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений
[4] ЕТ ИДК 86	Единые требования к системе приборов индивидуального дозиметрического контроля внешнего облучения
[5] МИ 1317—86	Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров

УДК 658.382.3:006.354 ОКС 13.200 Т58 ОКСТУ 0022

Ключевые слова: дозиметрический контроль, поглощенная доза, электронный парамагнитный резонанс, зубная эмаль, чрезвычайная ситуация

Редактор *Р. Г. Говердовская*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *С. Ю. Митрофанова*
Компьютерная верстка *З. И. Мартыновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 17.06.96. Подп. в печать 28.08.96.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 329 экз. С 3750. Зак. 956.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru