Утверждаю
Заместитель министра
К.И.АКУЛОВ
20 сентября 1983 года

Согласовано
Заместитель начальника
Главного управления
научно-исследовательских
институтов и координации
научных исследований
В.М.ХРИСТЮК
16 сентября 1983 года

# КОНТРОЛЬ ЗА ЗАГРЯЗНЕНИЕМ СВИНЦОМ, ОЗОНОМ И ОКИСЛАМИ АЗОТА РЕНТГЕНОВСКИХ КАБИНЕТОВ ЛЕЧЕБНО-ПРОФИЛАКТИЧЕСКИХ УЧРЕЖДЕНИЙ

## МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

Методики предназначены для работников радиологических групп СЭС и служат для проведения текущего контроля за загрязненностью свинцом рук персонала, поверхностей оборудования, строительных конструкций, а также за загрязненностью свинцом, озоном и окислами азота воздуха процедурных рентгеновских кабинетов.

Одним из важных разделов работы СЭС в области радиационной гигиены является контроль за условиями труда персонала рентгеновских кабинетов. При этом контроле, как правило, оценка профессиональной вредности производится только по ионизирующему излучению. Однако, как показано исследованиями ряда авторов в последние годы, условия работы в рентгенодиагностических кабинетах определяются комплексом факторов - ионизирующее излучение, свинец, окислы азота и т.п. Соотношение этих факторов не является величиной постоянной, а все время изменяется. Так, если в последние 15 - 20 лет дозы облучения персонала рентгеновских кабинетов постоянно уменьшались и к настоящему времени величина облучения большинства работающих не превышает 0,3 ПДД, то загрязнение свинцом и средние концентрации озона и окислов азота в рентгеновских кабинетах увеличились. Источником загрязнения свинцом персонала, помещений и оборудования являются средства индивидуальной защиты персонала и пациентов, выполненные из просвинцованной резины. Особенно значительны загрязнения свинцом в тех кабинетах, где эксплуатируются изношенные средства защиты уже по истечении срока эксплуатации, который определен техническими условиями, или где средства индивидуальной защиты не зачехлены, отсутствует качественная влажная уборка помещений и т.п. Уровни загрязнения поверхностей стен, пола, оборудования в этих случаях достигают 0,002 мг/кв. см. Загрязненность рук персонала свинцом может достигать 1,2 мг, при этом, как правило, более сильно загрязнены правые ладони. В воздухе процедурных свинец обнаруживается в количествах от 0,0005 до 0,01 мг/куб. м.

В рентгенодиагностических кабинетах свинец не является обязательным компонентом основного технологического процесса (рентгенологического исследования). Процедурная рентгеновского кабинета является местом пребывания не только персонала, но и пациентов, поэтому использование ПДК свинца для производственных помещений в данном случае является неправомерным. Следует использовать ПДК для атмосферного воздуха населенных мест - 0,0007 мг/куб. м. Более высокие концентрации свинца необходимо рассматривать как показатель того, что в данном рентгеновском кабинете недостаточно полно или не систематически проводится комплекс мероприятий по уменьшению загрязнений свинцом.

Для предупреждения или уменьшения этих загрязнений в рентгенодиагностических кабинетах рекомендуется следующий комплекс мероприятий:

- индивидуальные средства защиты из свинца и просвинцованной резины помещать в чехлы

gost.e-ecolog.ru

из пленочных материалов или клеенки;

- не использовать индивидуальные средства защиты по истечении срока эксплуатации, указанного в технических условиях;

- поверхности стационарных защитных устройств и приспособлений, выполненных из свинца, покрывать двойным слоем масляной или эмалевой краски;

- под перчатки из просвинцованной резины надевать тонкие хлопчатобумажные перчатки;

- по окончании работы со средствами индивидуальной защиты из просвинцованной резины тщательно мыть руки теплой водой с мылом или препаратом "Защита";

- запретить прием пищи, курение и использование косметики в процедурной рентгеновских кабинетов.

При оценке уровней загрязнения персонала, помещений и оборудования следует использовать следующие критерии:

- при наличии свинца на уровне $1 \times 10^{-4}$ мг/кв. см и более - массивное загрязнение, имеется источник интенсивного загрязнения, который необходимо выявить и изъять;

- при наличии свинца на уровне $(0,1 - 0,9) \times 10^{-4}$ мг/кв. см - загрязнение существенное - требуется генеральная влажная уборка с использованием 3-процентного раствора уксусной кислоты;

- загрязнение на уровне $(0,01 - 0,09) \times 10^{-4}$ мг/кв. см - во внимание не принимать;

- загрязнение персонала не допускается.

Озон и окислы азота образуются в результате электрических разрядов в рентгеновской трубке, кенотронах и высоковольтном трансформаторе во время работы рентгеновского аппарата. Концентрации озона в процедурной рентгеновского кабинета колеблются от 0,0004 до 0,5 мг/куб. м, а окислов азота - от 0,0001 до 0,005 мг/куб. м. Учитывая то, что процедурная является местом пребывания не только персонала, но и больных людей, использование ПДК озона и окислов азота для производственных помещений в данном случае также является необоснованным. Необходимо добиваться того, чтобы концентрация озона в воздухе процедурной составляла не более 0,005 - 0,01 мг/куб. м. Предлагаемая величина в 10 раз меньше ПДК для рабочих помещений. Концентрация окислов азота в воздухе процедурной должна находиться в пределах ПДК атмосферного воздуха для населенных мест - 0,085 мг/куб. м. Эти величины следует рассматривать как санитарный показатель, превышение которого указывает на то, что в данном рентгеновском кабинете вентиляция не соответствует предъявляемым к ней требованиям (приточно-вытяжная, кратность обмена +3, -4, вытяжка из нижней зоны) или неправильно эксплуатируется.

Настоящие Методические рекомендации разработаны в соответствии с решением коллегии МЗ РСФСР от 10 июня 1980 г., протокол N 21.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАГРЯЗНЕННОСТИ СВИНЦОМ РУК ПЕРСОНАЛА, ПОВЕРХНОСТЕЙ ОБОРУДОВАНИЯ, СТРОИТЕЛЬНЫХ КОНСТРУКЦИЙ

### 1. Характеристика методики

Методика предназначена для определения свинцовой пыли на руках персонала, оборудования, строительных конструкциях в рентгеновских кабинетах путем взятия смывов. Чувствительность методики 0,5 мкг свинца в анализируемом объеме раствора. Погрешность +/- 10% от нижнего предела концентраций.

### 2. Принцип методики

Методика основана на взятии смывов с различного рода поверхностей 3-процентным раствором уксусной кислоты. При этом свинец переходит в растворимое состояние. Определение количества свинца в смывах основано на измерении степени помутнения раствора в результате

образования хромата свинца при взаимодействии иона свинца с бихроматом калия. Мутность определяют нефелометрически на приборах типа ФЭК или путем визуального сравнения со стандартной шкалой.

## 3. Аппаратура, материалы, реактивы

Фотоэлектроколориметр-нефелометр типа ФЭК-Н-57;
Сушильный шкаф;
Колориметрические пробирки из прозрачного стекла на 5 и 10 мл с притертыми пробками;
Штатив для пробирок;
Мерные колбы на 100 мл;
Пенициллиновые флаконы;
Пипетки на 1, 5 и 10 мл;
Воронки химические;
Фильтры б/з "синяя" и "красная" лента;
Стеклянные палочки;
Колбы конические на 50 мл;
Вата гигроскопическая;
Шаблон из плексигласа или клеенки площадью 100 кв. см;
Кислота уксусная ледяная, х.ч.;
Ацетат натрия, х.ч.;
Бихромат калия, х.ч.;
Нитрат свинца, х.ч.

## 4. Отбор проб для анализа

Смывы рекомендуется брать в конце рабочего дня выборочно в тех рентгеновских кабинетах, где наиболее интенсивно используются средства защиты из просвинцованной резины. Результаты анализа следует рассматривать как показатель полноты и качества проведения мероприятий по уменьшению загрязненности свинцом рентгеновских кабинетов.

4.1. Места взятия смывов. Руки врача, рентгенолаборанта и санитарки: со всей ладонной поверхности у врача, рентгенолаборанта и санитарки. Оборудование: с площади 100 кв. см середины снимочного стола, кассет, стола в фотолаборатории и др. Строительные конструкции: с площади 100 кв. см пола у снимочного стола около рабочего места врача-рентгенолога, отопительных батарей и со всей поверхности ручек дверей внутри процедурной.

Для взятия смывов рекомендуется изготовить шаблон из плексигласа или медицинской клеенки с вырезом 10 x 10 см, т.е. площадью 100 кв. см. Для взятия смывов используют гигроскопическую вату, предварительно отмытую от содержащихся в ней ионов $SO_4^{2-}$, $Cl^-$ и др.

4.2. Обработка ваты. С целью удаления $SO_4^{2-}$ и $Cl^-$ гигроскопическую вату погружают в большой химический стакан и заливают горячей дистиллированной водой, тщательно перемешивают стеклянной палочкой так, чтобы вата хорошо пропиталась водой, стакан закрывают часовым стеклом и оставляют на 20 мин. После этого воду сливают, вату отжимают. Промывку повторяют горячей водой, а затем холодной. Вату высушивают в сушильном шкафу при 40 °С.

4.3. Взятие смывов. Из обработанной ваты следует скатать тампоны диаметром 1 см. Можно наматывать кусочки ваты на конец стеклянной палочки.

В качестве смывающего раствора используют 3-процентный раствор уксусной кислоты (30 мл ледяной уксусной кислоты прилить к 970 мл воды). При взятии мазков с поверхностей, окрашенных свинцовыми белилами, в качестве смывающего раствора использовать дистиллированную воду. На исследуемую поверхность, с которой отбирают пробы, накладывают шаблон с вырезом 100 кв. см и ограниченную шаблоном площадь тщательно с нажимом последовательно протирают вначале ватным тампоном, смоченным в 3-процентном растворе

уксусной кислоты, а затем двумя сухими тампонами. Все три тампона помешают в пенициллиновый флакон, заливают 10 мл 1-процентного раствора уксусной кислоты и оставляют на ночь (далее см. п. 5.2).

5.1. Подготовка необходимых реактивов. Основной стандартный раствор нитрата свинца с концентрацией свинца 0,1 мг/мл готовят растворением 0,016 г нитрата свинца в воде в мерной колбе на 100 мл.

Рабочий раствор нитрата свинца для шкалы стандартов (см. табл. 1) с концентрацией свинца 10 мкг/мл готовят разведением основного раствора, для чего 10 мл основного стандартного раствора переносят в мерную колбу на 100 мл и разбавляют до метки 3-процентным раствором ацетата натрия.

Таблица 1

ШКАЛА СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ВИЗУАЛЬНОГО СРАВНЕНИЯ

| Состав раствора | Номер стандарта | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| Рабочий раствор нитрата свинца, мл | 0 | 0,15 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,6 | 0,7 | 0,8 | 0,9 | 1,0 |
| Уксусная кислота, 1-процентный раствор, мл | 4 | 3,85 | 3,8 | 3,7 | 3,6 | 3,5 | 3,4 | 3,3 | 3,2 | 3,1 | 3,0 |
| Содержание свинца, мкг | 0 | 1,5 | 2,0 | 3,0 | 4,0 | 5,0 | 6,0 | 7,0 | 8,0 | 9,0 | 10,0 |

Ацетат натрия - 50-процентный раствор (50 г ацетата натрия растворяют в 50 мл воды).

Ацетат натрия - 3-процентный раствор (3 г ацетата натрия растворяют в 97 мл воды).

Бихромат калия - 10-процентный раствор (10 г бихромата калия растворяют в 90 мл воды).

Уксусная кислота - 1-процентный раствор (1 часть 3-процентной уксусной кислоты разбавляют в 2 частях воды).

5.2. Проведение анализа. Раствор отфильтровывают, анализируемые тампоны промывают 2 - 3 раза 1-процентным раствором уксусной кислоты так, чтобы общий объем фильтрата составил 20 мл. Одновременно можно обрабатывать 20 - 30 проб.

Определение количества свинца в анализируемых фильтратах проводят путем либо визуального сравнения помутнения каждой пробы со стандартной шкалой, либо на приборах типа ФЭК.

## 6. Визуальный метод определения количества свинца в пробах

6.1. Приготовление шкалы стандартов. Предварительно готовят несколько растворов сравнения с известными количествами свинца, которые называются шкалой стандартов; колориметрические пробирки устанавливают в штатив, в каждую добавляют растворы в количествах, указанных в табл. 1. Во все пробирки добавляют по 0,5 мл 50-процентного раствора ацетата натрия и по 2 капли 10-процентного раствора бихромата калия, закрывают пробками, растворы энергично встряхивают и оставляют на 20 мин. для образования осадка хромата свинца. Одновременно в аналогичные колориметрические пробирки с притертыми пробками отмеряют по 4 мл анализируемых фильтратов. В каждую пробирку добавляют по 0,5 мл 50-процентного раствора ацетата натрия и по 2 капли 10-процентного раствора бихромата калия. Анализируемые растворы также энергично встряхивают и оставляют на 20 минут.

Далее производят визуальное сравнение интенсивности помутнения растворов со стандартной шкалой на темном фоне при рассеянном освещении. Пробирки со стандартными растворами устанавливают в один ряд в штативе так, чтобы между каждыми двумя пробирками оставалось свободное гнездо. За штативом помещают экран из черной бумаги. Берут пробирку с анализируемым раствором и перемещают ее по свободным гнездам до тех пор, пока она не

окажется рядом с той пробиркой стандартной шкалы, где интенсивность помутнения равна помутнению в анализируемом растворе.

6.2. Пример вычислений. Допустим, что смыв был взят со снимочного стола и общий объем анализируемого раствора составил 20 мл. На анализ было взято 4 мл, интенсивность помутнения оказалась идентичной стандарту N 2, что соответствует (как видно из данных табл. 1) 2 мкг свинца. Тогда общее количество свинца в 20 мл анализируемого раствора равно:

$$\frac{20 \times 2}{4} = 10 \text{ мкг свинца.}$$

Для пересчета на площадь в 1 кв. см необходимо разделить полученное количество на площадь смыва, равную 100 кв. см:

$$\frac{10}{100} = 0{,}1 \text{ мкг/кв. см} = 0{,}0001 \text{ мг/кв. см.}$$

Таким образом, загрязненность свинцом снимочного стола составляет 0,0001 мг/кв. см.

Визуальный метод недостаточно чувствителен и точен. Более предпочтительно нефелометрическое определение свинца в пробах с помощью нефелометров типа ФЭК-Н-57.

## 7. Нефелометрическое определение свинца в смывах на приборах типа ФЭК-Н-57

7.1. Построение калибровочной кривой. Свежеприготовленный исходный раствор с концентрацией свинца 100 мкг/мл готовят путем растворения 0,016 г химически чистого нитрата свинца в 3-процентном растворе ацетата натрия в мерной колбе на 100 мл. Рабочий раствор нитрата свинца получают разбавлением в 20 раз исходного раствора 3-процентным раствором ацетата натрия и получают новый рабочий раствор с содержанием свинца 5 мкг/мл.

В колориметрических пробирках готовят серию стандартных растворов, как указано в табл. 2. В каждую пробирку добавляют по 0,5 мл 50-процентного раствора ацетата натрия и 2 капли раствора бихромата калия. Стандартные растворы закрывают пробками, тщательно встряхивают и дают постоять 20 мин.

Таблица 2

### ШКАЛА СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНОГО ГРАФИКА

| Состав раствора | Номер стандарта | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| Рабочий раствор нитрата свинца, мл | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,6 | 0,7 | 0,8 | 0,9 | 1,0 |
| Уксусная кислота, 1-процентный раствор, мл | 5,0 | 4,9 | 4,8 | 4,7 | 4,6 | 4,5 | 4,4 | 4,3 | 4,2 | 4,1 | 4,0 |
| Содержание свинца, мкг | 0 | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 2,5 | 3,0 | 3,5 | 4,0 | 4,5 | 5,0 |

Интенсивность помутнения определяют на приборе типа ФЭК-Н-57 в кюветах с толщиной слоя 1 - 2 см при длине волны 440 нм, что соответствует светофильтру N 4. Методика измерения степени помутнения подробно описана в руководстве по использованию прибора ФЭК-Н-57.

По результатам измерения интенсивности помутнения стандартных растворов строится калибровочный график, где по горизонтальной оси откладывают содержание свинца в растворе (см. табл. 2), а по вертикальной - величины, соответствующие значениям интенсивности

помутнения. Типичный калибровочный график представлен на рис. 1 (здесь и далее рисунки не приводятся).

7.2. Выполнение анализа. В колориметрические пробирки отмеряют по 4 мл анализируемых фильтратов, доводят объем до 5 мл 1-процентным раствором уксусной кислоты. Добавляют 0,5 мл 50-процентного раствора ацетата натрия, 2 капли 10-процентного раствора бихромата калия. Закрывают пробками, тщательно встряхивают и через 20 мин. определяют степень помутнения раствора на приборе. Для этого раствор наливают в ту же кювету, для которой была построена калибровочная кривая, и, включая тот же светофильтр, определяют мутность. По калибровочной кривой устанавливают количество свинца, соответствующее степени помутнения.

Загрязненность свинцом различных поверхностей выражают в мг/куб. см и вычисляют по формуле:

$$x = \frac{a \times в \times 0,001}{4 \times S},$$

где:

x - загрязненность свинцом, мг/кв. см;

a - количество свинца в мкг, найденное по калибровочному графику;

в - общий объем фильтрата от смыва, мл;

4 - объем пробы, взятой для анализа, мл;

S - площадь смыва, кв. см;

0,001 - перевод мкг в мг.

Например: Смыв был взят со стола для снимков. Объем анализируемого раствора (общий объем фильтрата от смыва) составил 20 мл; количество свинца, найденное по калибровочному графику, a = 2 мкг (см. рис. 1). Площадь смыва S = 100 кв. см. Подставим все известные величины в формулу:

$$x = \frac{2 \times 20 \times 0,001}{4 \times 100} = 0,0001 \text{ мг/кв. см.}$$

Таким образом, загрязненность свинцом стола для снимков составляет 0,0001 мг/кв. см.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ СВИНЦА В ВОЗДУХЕ РЕНТГЕНОВСКИХ КАБИНЕТОВ

### 1. Характеристика методики

Методика предназначена для определения содержания свинца в воздухе рентгеновских кабинетов. Чувствительность методики 0,5 мкг свинца в анализируемом объеме раствора. Погрешность определения составляет +/- 10% от нижнего предела концентрации.

### 2. Принцип методики

Методика основана на переведении сульфата свинца в растворимое комплексное соединение при взаимодействии его с ацетатом аммония. Определение количества свинца в пробах основано на измерении интенсивности помутнения растворов в результате образования хромата свинца при взаимодействии иона свинца с бихроматом калия. Степень помутнения определяется нефелометрически на приборах - нефелометрах.

### 3. Аппаратура, материалы, реактивы

Электроаспиратор завода "Красногвардеец" типа 822 или иного типа, обеспечивающий скорость прокачивания воздуха порядка 20 л/мин. и поверяемый Госстандартом;

Фильтры из перхлорвиниловой ткани или марки ФПП;
Песчаная баня;
Фарфоровые тигли высокие N 3;
Муфельная печь с терморегулятором на 400 °С;
Центрифуга;
Фотоэлектроколориметр-нефелометр типа ФЭК-Н-57;
Штатив для пробирок;
Колориметрические пробирки из прозрачного стекла на 10 мл;
Пипетки на 1, 5 и 10 мл;
Мерные колбы на 100 мл;
Стеклянные палочки;
Серная кислота, разбавленная водой в соотношении 1:1;
Ацетат аммония, х.ч.;
Бихромат калия, х.ч.;
Нитрат свинца, х.ч.

## 4. Отбор проб воздуха

Отбор проб воздуха производится в конце дня в рабочей зоне персонала. Скорость прокачивания 20 л/мин. На анализ необходимо отобрать от 400 до 1000 л воздуха.

## 5. Проведение анализа

Фильтр с пробой осторожно переносят в фарфоровый глубокий тигель, смачивают 3 мл $H_2SO_4$ (1:1) и осторожно нагревают на песчаной бане до образования твердого остатка и прекращения выделения белых паров $SO_2$. Затем тигель переносят в муфельную печь для озоления остатка при температуре не выше 400 °С в течение 40 мин.

По охлаждении в тигель вливают 6 мл 3-процентного раствора ацетата аммония, перемешивают в течение 10 - 15 мин., далее содержимое вместе с золой переливают по стеклянной палочке в центрифужную пробирку и центрифугируют 5 - 7 мин. при 3000 об./мин.

Прозрачный раствор быстро сливают и на анализ берут 5 мл. К анализируемому объему приливают 2 капли 10-процентного раствора бихромата калия, встряхивают и через 20 мин. определяют степень помутнения раствора на приборе ФЭК-Н-57 со светофильтром N 4 в кюветах с толщиной слоя 1 - 2 см при длине волны 440 нм.

Количество свинца в растворе определяют по калибровочному графику, для построения которого готовят новую серию стандартных растворов, как указано в табл. 3.

Таблица 3

ШКАЛА СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНОГО ГРАФИКА

| Состав раствора | Номер стандарта | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| Рабочий раствор нитрата свинца, мл | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,6 | 0,7 | 0,8 | 0,9 | 1,0 |
| Уксусная кислота, 1-процентный раствор, мл | 5,0 | 4,9 | 4,8 | 4,7 | 4,6 | 4,5 | 4,4 | 4,3 | 4,2 | 4,1 | 4,0 |
| Содержание свинца, мкг | 0 | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 2,5 | 3,0 | 3,5 | 4,0 | 4,5 | 5,0 |

В качестве рабочего раствора нитрата свинца используется свежеприготовленный раствор с

содержанием свинца 5 мкг/мл (см. п. 7 "Нефелометрическое определение свинца в смывах").

В каждую пробирку приливают по 2 капли 10-процентного раствора бихромата калия, встряхивают и через 20 мин. определяют степень помутнения растворов на нефелометре со светофильтром N 4 в кюветах с толщиной слоя 1 - 2 см. Затем строят калибровочный график, по горизонтальной оси которого откладывают содержание свинца (см. табл. 3), а по вертикальной - соответствующие им величины интенсивности помутнения растворов. Концентрацию свинца в воздухе выражают в мг/куб. м и вычисляют по формуле:

$$x = \frac{a \times 6}{5 \times V},$$

где:

x - концентрация свинца в воздухе, мг/куб. м;

a - количество свинца, найденное по калибровочному графику, мкг;

5 и 6 - объемы анализируемого и общего растворов соответственно, мл;

V - объем прокачанного через фильтр воздуха, л.

Например: Объем воздуха, взятого на анализ в процедурной рентгеновского кабинета, составил V = 1000 л. По калибровочному графику найдено a = 1,5 мкг. Подставим все величины в формулу:

$$x = \frac{1{,}5 \times 6}{5 \times 1000} = 0{,}0018 \text{ мг/куб. м.}$$

Таким образом, загрязненность воздуха рентгеновского кабинета свинцом составила 0,0018 мг/куб. м, что превышает его ПДК для воздуха населенных мест.

При определении свинца в смывах и в воздухе кроме нефелометрического можно использовать полярографический метод, который является более чувствительным. Этот метод подробно описан в книге М.Д. Манита, Р.Ф. Салихджановой и С.Ф. Яворской "Современные методы определения атмосферных загрязнений населенных мест", М., 1981, с. 189.

Исследования мочи и крови персонала на содержание свинца следует проводить по обычным методикам, применяемым в клинической практике. Например, Методические рекомендации, утвержденные МЗ РСФСР 20 февраля 1980 г., "Методы лабораторных исследований, используемые при диспансеризации рабочих с вредными условиями труда", Л., 1980, с. 19 - 23.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ОЗОНА В ВОЗДУХЕ РЕНТГЕНОВСКИХ КАБИНЕТОВ

### 1. Характеристика методики

Методика предназначена для определения содержания озона в воздухе рентгеновских кабинетов. Чувствительность методики 0,3 мкг в анализируемом объеме раствора. Определению мешают окислы азота, для поглощения которых используется поглотительный патрон. Погрешность определения составляет +/- 10% нижнего предела концентраций.

### 2. Принцип методики

Методика основана на реакции взаимодействия озона с солью Мора в кислой среде с образованием ионов трехвалентного железа, количество которого определяется колориметрически после образования железороданидного комплекса.

### 3. Аппаратура, материалы, реактивы

Аспиратор для отбора проб воздуха. Можно использовать аспиратор любой марки,

обеспечивающий скорость отбора воздуха от 0,1 до 1 л/мин., например, модель 822 производства Ленинградского завода "Красногвардеец".

Фотоэлектрический колориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-Н-57.

Сушильный шкаф.

Поглотительные пробирки с пористой стеклянной пластинкой.

Колориметрические пробирки из прозрачного стекла объемом 10 мл.

U-образные трубки высотой 150 и диаметром 15 - 20 мм.

Пипетки на 1, 5 и 10 мл.

Мерные колбы на 500 и 1000 мл.

Воронки Бюхнера.

Азотная кислота, 1 М раствор. Перед приготовлением раствора концентрированную кислоту продуть током воздуха для удаления окислов азота.

Роданистый аммоний, 30-процентный раствор. Раствор должен быть бесцветным или слегка розоватым. При значительной окраске к раствору добавить раствор любой растворимой соли алюминия и аммиаком осадить гидроокись алюминия с примесью железа +3. Осадок отфильтровать, а фильтрат нейтрализовать соляной кислотой. При хранении на холоду раствор устойчив (бесцветен) в течение нескольких дней.

Ацетон.

Силикагель марки АСК.

Соль Мора $FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \times 6H_2O$.

Серная кислота, концентрированная и раствор 1:3 по объему.

Бихромат калия.

Перманганат калия, 0,1 н раствор.

Перекись водорода, 30-процентный раствор. (Все реактивы должны быть ч.д.а. или х.ч.)

Поглощающий раствор: 0,1 г соли Мора растворяют в 100 мл дистиллированной воды, добавляют 10 мл 1 М азотной кислоты и 10 мл ацетона. Поглощающий раствор должен быть свежеприготовленным и стоять на холоду.

Растворы перекиси водорода готовят следующим образом: 5 - 10 мл 30-процентного раствора перекиси водорода разбавляют в 500 мл дистиллированной воды в мерной колбе. Для титрования берут 10 мл раствора, прибавляют 200 мл дистиллированной воды, 20 мл серной кислоты (1:1) и оттитровывают 0,1 н раствором перманганата калия до появления устойчивого розового окрашивания. 1 мл 0,1 н раствора перманганата калия соответствует 1,7 мг $H_2O_2$. Путем соответствующего разбавления готовят исходный раствор с содержанием $H_2O_2$ 10 мкг/мл, а затем рабочий раствор с содержанием перекиси водорода 1 мкг/мл. Растворы должны быть свежеприготовленными и храниться на холоду.

Фильтрующий патрон для поглощения двуокиси азота: силикагель марки АСК с величиной зерен 0,25 - 0,5 мм промывают на воронке Бюхнера 4 - 5 раз горячей дистиллированной водой, удаляют воду нагреванием при 110 °С, а затем прокаливают при 180 °С в течение 4 часов. Далее охлажденный до 50 - 60 °С силикагель насыщают раствором 0,4 г бихромата калия в 10 мл концентрированной серной кислоты. Силикагель переносят в банку с притертой пробкой и хранят без доступа воздуха. Перед отбором пробы силикагель помещают в U-образную трубку примерно на 7 см ее высоты, в концы трубки вводят тампоны из стеклянной ваты.

## 4. Отбор проб воздуха

Отбор проб воздуха на содержание озона производят во время работы рентгеновской трубки в рабочей зоне персонала. Перед поглотительным прибором помещают фильтрующий патрон для поглощения двуокиси азота. Анализируемый воздух со скоростью 0,25 л/мин. с помощью аспиратора протягивают через поглотительный прибор, содержащий 5 мл поглотительного раствора. Для анализа необходимо отобрать 5 - 6 литров воздуха.

## 5. Ход анализа

Пробу в количестве 5 мл переносят в колориметрическую пробирку и приливают 2 мл 30-процентного раствора роданистого аммония. Через 5 - 10 мин. измеряют оптическую плотность раствора в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 480 - 490 нм. Методика измерения оптической плотности растворов описана в руководстве по использованию приборов типа ФЭК. Содержание азота определяют по предварительно построенному калибровочному графику, для чего готовят шкалу стандартных растворов, как указано в табл. 4.

Таблица 4

## ШКАЛА СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНОГО ГРАФИКА

| Состав раствора | Номер стандарта | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Рабочий стандартный раствор, мл | 0 | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 | 1,2 | 1,5 | 2,0 |
| Поглотительный раствор, мл | 5 | 4,8 | 4,6 | 4,4 | 4,2 | 4,0 | 3,8 | 3,5 | 3,0 |
| Содержание перекиси водорода, мкг | 0 | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 | 1,2 | 1,5 | 2,0 |
| Эквивалентное содержание озона, мкг | | 0,28 | 0,57 | 0,85 | 1,13 | 1,41 | 1,69 | 2,11 | 2,82 |

В каждый раствор добавляют по 2 мл 30-процентного раствора роданистого аммония, встряхивают и через 5 - 10 мин. измеряют оптическую плотность растворов на приборе ФЭК. Затем строят калибровочный график, где по горизонтальной оси откладывают содержание озона в мкг (см. табл. 4), а по вертикальной - соответствующие величины оптической плотности растворов. Типичная калибровочная кривая приведена на рис. 2.

Расчет концентрации озона в воздухе проводят по следующей формуле:

$$x = \frac{V}{a},$$

где:

x - концентрация озона в воздухе, мг/куб. м;

a - количество озона, найденное по калибровочному графику, мкг;

V - объем пропущенного через поглотительный прибор воздуха, л.

Например: Объем воздуха, взятого на анализ, составляет 5 л. По калибровочной кривой найдено количество озона в пробе - 2,5 мкг. Подставляя все величины в формулу, получаем:

$$x = \frac{2,5}{5} = 0,5 \text{ мг/куб. м.}$$

Итак, загрязненность воздуха рентгеновского кабинета озоном составляет 0,5 мг/куб. м.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ОКИСЛОВ АЗОТА В ВОЗДУХЕ РЕНТГЕНОВСКИХ КАБИНЕТОВ

### 1. Характеристика методики

Методика предназначена для определения содержания окислов азота в воздухе рентгеновских кабинетов. Чувствительность методики 0,3 мкг в анализируемом объеме раствора.

Определению мешает озон в концентрациях, превышающих концентрацию двуокиси азота в 2 - 4 раза. Погрешность определения составляет +/- 10% от нижнего предела концентрации.

## 2. Принцип методики

Методика основана на поглощении двуокиси азота раствором йодида калия и фотометрическом определении иона нитрата, образующего окрашенное соединение с реактивом Грисса-Илосвая.

## 3. Аппаратура, материалы, реактивы

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-Н-57.

Аспиратор для отбора проб воздуха. Можно использовать любой аспиратор, обеспечивающий скорость отбора воздуха от 0,1 до 1 л/мин., например, модель 822 производства Ленинградского завода "Красногвардеец".

Колориметрические пробирки с притертыми пробками объемом 10 мл.

Мерные колбы на 100 мл.

Бутыли с притертыми пробками на 500 и 200 мл.

Нитрат натрия, х.ч.

Йодид калия, х.ч.

Сульфит натрия, х.ч.

Уксусная кислота ледяная, х.ч.

Сульфаниловая кислота.

альфа-Нафтиламин.

В качестве поглотительного раствора используется 0,5 н раствор йодида калия, который готовят из расчета 84 г KI в литре раствора.

Основной стандартный раствор с концентрацией ионов $NO_2^-$ 100 мкг/мл получают растворением 0,0150 г перекристаллизованного нитрита натрия в 100 мл дважды перегнанной воды. Раствор пригоден к употреблению в течение двух месяцев.

Рабочий стандартный раствор с концентрацией $NO_2^-$ 10 мкг/мл готовят разведением 10 мл основного стандартного раствора до 100 мл 0,5 н раствором йодида калия. Раствор пригоден к употреблению в течение месяца.

Сульфит натрия, 0,01 н раствор: готовят путем растворения 0,063 г безводного сульфита натрия или 0,1261 г $Na_2SO_3 \times 7H_2O$ в 100 мл дистиллированной воды. Раствор готовят перед анализом.

Уксусная кислота, 12-процентный раствор.

Раствор сульфаниловой кислоты: 0,52 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 мл 12-процентного раствора уксусной кислоты.

Раствор альфа-нафтиламина: 0,2 г альфа-нафтиламина кипятят с 20 мл воды в течение 2 - 3 мин. до образования на дне капли лилового цвета. Бесцветный раствор декантируют и вливают в 150 мл 12-процентного раствора уксусной кислоты. Растворы сульфаниловой кислоты и альфа-нафтиламина хранят в темных склянках. Они пригодны к употреблению до тех пор, пока не побуреют.

Реактив Грисса-Илосвая. Перед употреблением смешивают растворы сульфаниловой кислоты и альфа-нафтиламина в отношении 1:1.

## 4. Отбор проб воздуха

Отбор проб воздуха для определения концентрации $NO_2^-$ производится во время работы рентгеновской трубки в рабочей зоне персонала. Для этого

воздух со скоростью 0,25 л/мин. с помощью аспиратора протягивают через два последовательно соединенных поглотительных прибора с 6 мл 0,5 н раствора йодида калия в каждом. Для анализа необходимо отобрать 5 - 6 л воздуха. Время отбора 20 - 30 мин. Уровень жидкости в поглотительных приборах необходимо поддерживать постоянным.

## 5. Проведение анализа

В две колориметрические пробирки переносят по 5 мл раствора из каждого поглотительного прибора, приливают 0,5 мл реактива Грисса-Илосвая и хорошо перемешивают. Через 10 мин. в каждую пробирку добавляют по 5 капель 0,01 н раствора сульфита натрия, пробы взбалтывают и фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1 - 2 см при длине волны 520 нм по сравнению с контролем. Контрольные пробы готовятся аналогично анализируемым пробам: в контрольные пробирки вливают по 5 мл 0,5 н раствора йодида калия и далее - реактив Грисса-Илосвая и сульфит натрия. Методика определения оптической плотности растворов описана в руководстве по использованию приборов ФЭК. Содержание двуокиси азота в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику, который строится по шкале стандартных растворов, как указано в табл. 5.

Таблица 5

### ШКАЛА СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНОГО ГРАФИКА

| Состав раствора | Номер стандарта | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Рабочий стандартный раствор, мл | 0 | 0,03 | 0,05 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,6 |
| Поглотительный раствор йодида калия (0,5 н), мл | 5 | 4,97 | 4,95 | 4,9 | 4,8 | 4,7 | 4,6 | 4,5 | 4,4 |
| Содержание $NO_2$ в мкг | 0 | 0,3 | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 3,0 | 4,0 | 5,0 | 6,0 |

Для построения калибровочной кривой в каждую пробирку приливают 0,5 мл реактива Грисса-Илосвая и хорошо перемешивают. Через 10 мин. добавляют 5 капель 0,01 н раствора сульфита натрия, взбалтывают и колориметрируют в тех же кюветах и при той же длине волны. По данным фотометрирования строят калибровочный график, по горизонтальной оси которого откладывают содержание двуокиси азота в мкг, а по вертикальной - соответствующие оптические плотности растворов стандартной шкалы. Типичный калибровочный график приведен на рис. 3.

Расчет результатов анализа проводят по формуле:

$$x = \frac{(a + a_1) \times в}{5 \times V},$$

где:

x - содержание двуокиси азота в воздухе, мг/куб. м;

$a$ и $a_1$ - количество двуокиси азота в первом и втором поглотительных приборах, соответственно, в мкг, найденное по калибровочному графику;

5 - объем пробы, взятой на исследование из поглотительного прибора, мл;

в - общий объем жидкости в поглотительном приборе, мл;

V - объем воздуха, л.

Например: Объем воздуха, взятого на анализ в процедурной рентгеновского кабинета, V = 5 л. Общий объем жидкости в поглотительных приборах в = 12 мл. Количество двуокиси азота в первом и втором

поглотительных приборах, найденное по калибровочному графику, составило: a = 0,8 мкг и a = 0,4 мкг. Подставляя эти величины в формулу, получаем:
1

$$x = \frac{(0,8 + 0,4) \times 12}{5 \times 5} = 0,58 \text{ мг/куб. м.}$$

Итак, концентрация двуокиси азота в воздухе процедурной рентгеновского кабинета равна 0,58 мг/куб. м, что значительно превышает ПДК в атмосферном воздухе для населенных мест.

gost.e-ecolog.ru