



INSO
21751

1st.Edition
2017

Modification of
ISO/ASTM 51026:
2015

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۲۱۷۵۱
چاپ اول
۱۳۹۶

سیستم دزسنجی فریک- آبین کار

Fricke Dosimetry System- Standard Practice

ICS: 17.240

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۸۸۸۷۹۴۶۱-۵

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: (۰۲۶) ۳۲۸۰۶۰۳۱-۸

دورنگار: (۰۲۶) ۳۲۸۰۸۱۱۴

ایمیل: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاه، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Métrologie Legale)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«سیستم دزسنجی فریک- آبین کار»

سمت و / یا محل اشتغال:

رئیس:

مرکز نظام ایمنی هسته‌ای کشور

طاهری، مهران

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

دبیران:

سازمان انرژی اتمی ایران- پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای-
پژوهشکده کاربرد پرتوها

عطایی‌نیا، وحیده

(کارشناسی ارشد مهندسی هسته‌ای)

سازمان انرژی اتمی ایران- شرکت توسعه کاربرد پرتوها

بهشتی، زهرا سادات

(کارشناسی ارشد فیزیک هسته‌ای)

اعضا: (اسمی به ترتیب حروف الفبا)

سازمان انرژی اتمی ایران- پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای-
پژوهشکده کاربرد پرتوها

اخوان، اعظم

(دکتری شیمی آلب)

پژوهشکده سیستم‌های پیشرفته صنعتی (شرکت سهامی خاص)

جانعلی پورشهرانی، محمدرضا

(کارشناسی ارشد فیزیک)

پژوهشکده سیستم‌های پیشرفته صنعتی (شرکت سهامی خاص)

سمیع‌بور، فرهاد

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

سازمان انرژی اتمی ایران- پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای-
پژوهشکده کاربرد پرتوها

سیحون، مرضیه

(کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی)

سازمان ملی استاندارد ایران- پژوهشگاه استاندارد

عدل‌نسب، لاله

(دکتری شیمی تجزیه)

پژوهشکده سیستم‌های پیشرفته صنعتی (شرکت سهامی خاص)

عربلو، رضا

(کارشناسی فیزیک)

سازمان انرژی اتمی ایران

عسکری، محمدعلی

(دکتری فیزیک پزشکی)

سازمان انرژی اتمی ایران- پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای-
پژوهشکده کاربرد پرتوها

مهرپور، مصطفی

(کارشناسی ارشد فیزیک هسته‌ای)

سمت و/یا محل اشتغال:

شرکت جهان گسترش تجارت

اعضا: (سامی به ترتیب حروف الفبا)

کریمی میانجی، پریا

(کارشناسی ارشد مهندسی پزشکی)

ویراستار:

سازمان ملی استاندارد ایران - پژوهشگاه استاندارد

صبور گیلوان، عباس

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۴	۳ اصطلاحات و تعاریف
۵	۴ اهمیت و کاربرد
۵	۵ کمیت‌های مؤثر
۶	۶ تداخل‌ها
۶	۷ دستگاه‌ها
۷	۸ واکنش‌گرها
۸	۹ آماده‌سازی دزسنج‌ها
۹	۱۰ کالیبراسیون سیستم دزسنجی
۱۳	۱۱ به کارگیری سیستم دزسنجی
۱۳	۱۲ حداقل الزامات برای مستندسازی
۱۳	۱۲-۱ کالیبراسیون
۱۳	۱۲-۲ کاربرد
۱۴	۱۳ عدم قطعیت اندازه‌گیری
۱۵	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) روش جایگزین برای آماده‌سازی محلول دزسنجی
۱۶	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) روش تعیین μ برای یون‌های فریک
۱۸	پیوست پ (آگاهی‌دهنده) روش محاسبه دز براساس μ و G
۲۰	پیوست ت (آگاهی‌دهنده) تغییرات در استاندارد ملی که به روش پذیرش «ترجمه تغییر یافته» تدوین شده است
۲۱	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «سیستم دزسنجی فریک- آین کار» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد پ، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در سیصد و بیست و هشتادین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۹۶/۰۲/۲۶ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «ترجمه تغییر یافته» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی همراه با اعمال تغییرات با توجه به مقتضیات کشور است:

ISO/ASTM 51026: 2015(E), Standard Practice for Using the Fricke Dosimetry System.

سیستم دزسنجدی فریک - آبین کار

هشدار- این استاندارد در بر گیرنده کلیه موارد ایمنی نیست. مسئولیت برقراری موارد ایمنی، رعایت اصول بهداشتی و در نظر گرفتن محدودیتهای قانونی، قبل از استفاده از این استاندارد، برعهده کاربر است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین رویه‌هایی برای آماده‌سازی، آزمون و استفاده از سیستم دزسنجدی محلول آبی اسیدی فروس سولفات آمونیوم، برای اندازه‌گیری دز جذبی آب پرتوهای یون‌ساز می‌باشد. این سیستم شامل یک دزسنج و ابزار تحلیل‌گر مناسب آن است که به عنوان سیستم دزسنجدی فریک نامیده می‌شود. سیستم دزسنجدی فریک ممکن است به عنوان سیستم دزسنجدی استاندارد مرجع و نیز سیستم دزسنجدی روزمره به کار رود.

۲-۱ این استاندارد یکی از مجموعه استانداردهایی است که توصیه‌هایی را برای اجرای صحیح دزسنجدی در فرایند پرتوفرآوری فراهم می‌کند و روشی برای برقراری الزامات استاندارد ISO/ASTM 52628 استاندارد ISO/ASTM 52628 را برای سیستم دزسنجدی فریک تشریح می‌کند. مطالعه این استاندارد به همراه استاندارد ISO/ASTM 52628 در نظر گرفته شده است.

۳-۱ این استاندارد رویه‌های آنالیز طیف نورسنجی^۱ سیستم دزسنجدی فریک را تشریح می‌کند.

۴-۱ این استاندارد فقط برای پرتوگاما، پرتو ایکس (تابش ترمزی^۲) و الکترون‌های پرانرژی کاربرد دارد.

۵-۱ این استاندارد با رعایت موارد زیر کاربرد دارد:

۱-۵-۱ گستره دز جذبی باید از Gy ۰۰۰ تا ۲۰ باشد (به منبع [۱] کتابنامه مراجعه شود).

۲-۵-۱ آهنگ دز جذبی باید از Gy/s ۰۰۰ تا ۱۰ باشد (به منبع [۲] کتابنامه مراجعه شود).

۳-۵-۱ برای چشم‌های رادیوایزوتوپی گاما، انرژی فوتون اولیه بزرگتر از MeV ۰/۶ باشد. برای پرتو ایکس (تابش ترمزی) انرژی اولیه الکترون‌ها برای تولید فوتون‌ها برابر یا بزرگتر از MeV ۰/۲ باشد. برای باریکه‌های الکترونی انرژی الکترون اولیه بزرگتر از MeV ۰/۸ باشد.

یادآوری - حدود پایین انرژی ارائه شده، برای یک آمپول استوانه‌ای دزسنج به قطر mm ۱۲ مناسب است. در مورد باریکه‌های الکترونی، ممکن است تصحیحاتی برای اثرات جابه‌جایی و گرادیان دز در عرض آمپول لازم شود (به منبع [۳] کتابنامه مراجعه شود). سیستم دزسنجدی فریک ممکن است در انرژی‌های پایین‌تر با به کارگیری ظروف باریک‌تر (در جهت پرتو) حاوی دزسنج استفاده شود (به مدرک ICRU Report 35 مراجعه شود).

۴-۵-۱ دمای پرتودهی دزسنج باید در گستره °C ۱۰ تا °C ۶۰ باشد.

۱-۶ سیستم دزسنجدی فریک یک روش معتبر برای اندازه‌گیری دز جذبی در آب، بر اساس فرایند اکسیداسیون یون‌های فروس به یون‌های فریک در محلول آبی اسیدی توسط پرتوهای یون‌ساز ارائه می‌دهد (به مدارک

1- Spectrophotometric
2 -Bremsstrahlung

استانداردهای ملی دیگر از سوی مراجع قانونی و ذیصلاح^۲ یک الزام قانونی نیست و در صورتی که بهره شیمیایی پرتو یون‌های فریک به خوبی مشخص شده باشد، این سیستم می‌تواند برای تعیین دقیق دز جذبی بدون انجام کالیبراسیون به کار رود. (به پیوست پ مراجعه شود).

۷-۱ این دزسنج یک محلول اشباع شده با هوا از فروس سولفات یا فروس آمونیوم است، که دز جذبی را با افزایش جذب نوری در یک طول موج مشخص، نشان می‌دهد. برای اندازه‌گیری جذب، از طیف‌نورسنج^۳ با دمای کنترل شده و کالیبره شده استفاده شود.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است

- 2-1 ASTM C912, Practice for Designing a Process for Cleaning Technical Glasses
- 2-2 ASTM E170, Terminology Relating to Radiation Measurements and Dosimetry
- 2-3 ASTM E178, Practice for Dealing With Outlying Observations
- 2-4 ASTM E275, Practice for Describing and Measuring Performance of Ultraviolet and Visible Spectrophotometers

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۲: سال ۱۴۰۶^۳، توصیف و عملکرد اندازه‌گیری طیف‌سنج‌های نوری مرئی و ماوراء بنفش، با استفاده از استاندارد ۲۰۱۳ ASTM E275: تدوین شده است.

- 2-5 ASTM E666, Practice for Calculating Absorbed Dose From Gamma or X Radiation
- 2-6 ASTM E668, Practice for Application of Thermoluminescence- Dosimetry (TLD) Systems for ASTM Determining Absorbed Dose in Radiation-Hardness Testing of Electronic Devices
- 2-7 ASTM E925, Practice for Monitoring the Calibration of Ultraviolet-Visible Spectrophotometers whose Spectral Bandwidth does not Exceed 2 nm
- 2-8 ASTM E958, Practice for Estimation of the Spectral Bandwidth of Ultraviolet-Visible Spectrophotometers
- 2-9 ISO/ASTM 51261, Practice for Calibration of Routine Dosimetry Systems for Radiation Processing

1- Traceability

۲- مرجع قانونی و ذیصلاح در حال حاضر، سازمان انرژی اتمی کشور است.

3- Spectrophotometer

2-10 ISO/ASTM 51707, Guide for Estimating Uncertainties in Dosimetry for Radiation Processing

2-11 ISO/ASTM 52628, Practice for Dosimetry in Radiation Processing

2-12 ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۰۲۵: سال ۱۳۸۶، الزامات عمومی برای احراز صلاحیت آزمایشگاه‌های آزمون و کالیبراسیون، با استفاده از استاندارد ISO/IEC 17025: 2005 تدوین شده است.

2-13 ICRU Report 14, Radiation Dosimetry: X Rays and Gamma Rays with Maximum Photon Energies Between 0.6 and 50 MeV

2-14 ICRU Report 35, Radiation Dosimetry: Electrons with Initial Energies Between 1 and 50 MeV

2-15 ICRU Report 64, Dosimetry of High-Energy Photon Beams based on Standards of Absorbed Dose to Water

2-16 ICRU Report 80, Dosimetry Systems for Use in Radiation Processing

2-17 ICRU Report 85a, Fundamental Quantities and Units for Ionizing Radiation

2-18 JCGM 100:2008, GUM 1995 , with minor corrections, Evaluation of measurement data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement

2-19 PIRS-0815, The IRS Fricke Dosimetry System

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ذکر شده در استاندارد ASTM E170 یا مدرک ICRU Report 85a^۱ اصطلاحات با تعاریف زیر به کار می‌روند.

۱-۳

آزمایشگاه تأیید صلاحیت شده

approved laboratory

آزمایشگاهی که به عنوان مؤسسه ملی اندازه‌شناسی^۲ شناخته می‌شود، که به صورت رسمی و مطابق با استاندارد ISO/IEC 17025 اعتباردهی شده است، یا دارای سیستم کیفیت، مطابق با الزامات استاندارد ISO/IEC 17025 است.

یادآوری - مؤسسه ملی اندازه‌شناسی مشخص یا آزمایشگاه کالیبراسیون دیگر اعتباردهی شده با استاندارد ISO/IEC 17025، به منظور حصول اطمینان از قابلیت ردیابی به استاندارد ملی یا بین‌المللی باید مورد استفاده قرار گیرد. گواهی‌نامه کالیبراسیون تهیه شده در آزمایشگاهی که رسماً شناخته نشده یا به طور رسمی تأیید صلاحیت نشده، الزاماً به لحاظ قابلیت ردیابی توسط یک استاندارد ملی یا بین‌المللی نیز تأیید نخواهد شد.

۲-۳

ضریب جذبی خطی مولی (ϵ_m)

molar linear absorption coefficient (ϵ_m)

حاصل تقسیم ثابت جذب طیف نورسنجی (A_λ) یک گونه مولکولی جاذب نوری در طول موج مشخص (λ) بر حاصل ضرب طول واحد مسیر (d) در غلظت مولی (c) آن گونه در محلول است

$$\epsilon_m = \frac{A_\lambda}{(d \times c)} \quad (1)$$

ضریب جذبی خطی مولی بر حسب m^2/mol بیان می‌شود.

۳-۳

بهره شیمیایی پرتو (G(x))

radiation chemical yield (G(x))

حاصل تقسیم $n(x)$ بر \bar{x} ، که در آن $n(x)$ مقدار متوسط ماهیت مستقل و مشخص x است که به وسیله انرژی متوسط \bar{x} داده شده^۳ به ماده، تولید شده، از بین رفته یا تغییر یافته است.

$$G(x) = \left(\frac{n(x)}{\bar{x}} \right) \quad (2)$$

۱ - تعاریف ذکر شده در مدرک ICRU Report 85a مطابق با تعاریف ارائه شده در استاندارد ASTM E170 است، بنابراین می‌تواند به عنوان مرجع جایگزین به کار رود.

2- Metrology
3- Imparted

سیستم دزسنجی استاندارد مرجع

reference standard dosimetry system

سیستم دزسنجی معمولاً دارای بالاترین کیفیت اندازه‌شناختی^۱ قابل دسترس در یک سازمان یا یک محل مشخص است، که اندازه‌گیری‌های انجام شده از آن به دست آمده است.

دزسنج نوع I

type I dosimeter

دزسنجی با کیفیت اندازه‌شناختی بالا که پاسخ آن متأثر از کمیت‌های با اثر خاص تحت رابطه خوش تعریف^۲ است، که می‌تواند به صورت ضرایب تصحیح مستقل بیان شود.

۴ اهمیت و کاربرد

این بند در زیربندهای ۱-۶ و ۱-۷ آورده شده است.

۵ اثر کمیت‌های مؤثر

۱-۵ پاسخ دزسنج فریک (تفییر در جذب نوری) در برابر دز تابشی، به دمای پرتودهی و دمای اندازه‌گیری بستگی دارد. بنابراین ممکن است تصحیحاتی برای تغییرات در بهره شیمیایی پرتو (G) ناشی از دمای پرتودهی و نیز در ضریب جذب خطی مولی (ϵ) ناشی از دمای اندازه‌گیری اعمال شود. هر دو پارامتر $(\epsilon(Fe^{3+})$ و $G(Fe^{3+})$) با افزایش دما، افزایش می‌یابند. اندیس‌ها نشان‌دهنده دمای پرتودهی و اندازه‌گیری هستند. هر دو دما بر حسب $^{\circ}C$ می‌باشند.

$$\epsilon_{T_{meas}} = \epsilon_{25}[1 + 0.0069(T_{meas} - 25)] \quad (3)$$

$$G_{T_{irrad}} = G_{25}[1 + 0.0012(T_{irrad} - 25)] \quad (4)$$

۲-۵ بهره شیمیایی پرتو به نوع و انرژی پرتو به کار گرفته شده بستگی دارد، به‌ویژه تغییرات آن به‌ازای انرژی‌های کم فوتون، قابل ملاحظه است. (به منبع [۵] کتابنامه مراجعه شود)

۶ تداخل‌ها

۱-۶ پاسخ دزسنج فریک به وجود ناخالصی‌ها به‌ویژه ناخالصی‌های ذاتی در محلول، بسیار حساس است. حتی در مقادیر ناچیز، ناخالصی‌ها می‌توانند باعث تغییرات قابل اندازه‌گیری در پاسخ شوند. برای دستیابی به درستی^۱

1- Metrological

2- Well-defined way

بالا، مواد آلی نباید در هیچ یک از اجزای در تماس با محلول، به کار بردشود، مگر آنکه ثابت شده باشد که آن ماده هیچ اثری در پاسخ دزسنج ندارد.

۲-۶ اثر یون‌های فلزی در محلول‌های دزسنجی پرتودهی شده و پرتودهی نشده می‌تواند بر پاسخ دزسنج مؤثر باشد. بنابراین در هیچ یک از اجزاء در تماس با محلول از فلز استفاده نکنید.

۳-۶ اگر از آمپول‌های بسته شده با شعله^۳ به عنوان دزسنج استفاده می‌شود، حین پر کردن آمپول‌ها برای جلوگیری از نشست^۴ محلول در گردن آمپول مراقب باشید. گرمای ناشی از بستن آمپول با شعله، ممکن است باعث تغییرات شیمیایی ناخواسته در محلول دزسنجی باقی‌مانده در گردن آمپول شود. به دلیل مشابه، حین بستن آمپول، از گرمایش بدنه آن اجتناب شود.

۴-۶ اکسیداسیون گرمایی (که با افزایش در جذب نوری مشاهده می‌شود) در غیاب پرتو، تابعی از دمای محیط است. در دماهای متعارف^۴ آزمایشگاه (در حدود ۲۰ °C تا ۲۵ °C)، این اثر، ممکن است در صورت وجود فاصله زمانی طولانی مابین آماده‌سازی محلول و اندازه‌گیری نور سنجی^۵ قابل توجه باشد. (به زیربند ۳-۹ مراجعه شود).

۵-۶ محلول دزسنجی تا حدودی به نور فرابنفش حساس بوده و باید به منظور نگهداری طولانی مدت، در تاریکی نگهداری شود. هیچ‌گونه اقدام پیشگیرانه ویژه‌ای به هنگام استفاده روزمره زیر نور معمول آزمایشگاه لازم نیست، اما باید از چشم‌های قوی فرابنفش (UV) مانند نور خورشید اجتناب شود.

۷ دستگاه‌ها

۱-۷ برای آنالیز محلول دزسنجی، از یک طیف‌نورسنج با دقت بالا با قابلیت اندازه‌گیری مقادیر جذب تا ۲٪ عدم قطعیت کمتر از ۱٪ در محدوده ۳۰۰ nm ± ۱۰ nm استفاده شود. از کووت^۶ کوارتز با طول مسیر ۵ mm یا ۱۰ mm برای اندازه‌گیری طیف نورسنجی محلول استفاده شود. ظرفیت کووت باید به اندازه کافی کوچک باشد که بتوان داخل آن را تماماً با مقداری از محلول دزسنج شستشو داد، در حالی که مقدار مناسبی از محلول برای پر کردن کووت تا سطح مناسب برای اندازه‌گیری جذب، باقی‌مانده باشد. برای آمپول‌های دزسنج با حجم کمتر از ۲ mm، ممکن است استفاده از کووت‌های با گنجایش در حد میکرو^۷ لازم باشد.

سایر روش‌های کارکردن با محلول، مانند استفاده از فلو سل^۸‌هایی که گنجایش آن‌ها از مرتبه میکرو است می‌تواند به عنوان اقدامات احتیاطی برای جلوگیری از انتقال آلودگی^۹ به کار گرفته شود. همچنین در هنگام اندازه‌گیری، دمای محلول دزسنج را در (۲۵ °C ± ۰,۵ °C) نگه دارید، یا دمای محلول را در حین آنالیز طیف نورسنجی تعیین کنید و با استفاده از معادله (۳) جذب اندازه‌گیری شده در آن دما را به جذب در دمای ۲۵ °C تصحیح کنید.

1 -Accuracy

2- Flame sealed

3- Depositing

4- Normal temperatures

5 -Photometric measurement

6-Cuvette

7 Semi-microcapacity cuvettes

8 -Flow cell

9- Cross contamination

۲-۷ از شیشه بوروسیلیکات یا شیشه‌ای با مقاومت شیمیایی معادل آن برای نگهداری مواد شیمیایی و محلول دزسنجی آماده شده استفاده کنید. تمامی دستگاهها را قبل از استفاده به طور کامل تمیز کنید (به استاندارد DZS-ASTM C912 مراجعه شود).

۲-۸ ظروف شیشه‌ای تمیز شده را در محیط تمیز و بدون گرد و خاک نگهداری کنید. برای درستی بیشتر، ظروف شیشه‌ای را در خلا در دمای 550°C حداقل برای ۱ ساعت گرما بدھید (به منبع [۶] کتابنامه مراجعه شود).

۲-۹ به عنوان روشی جایگزین برای گرمادهی ظروف شیشه‌ای، ظروف حاوی محلول دزسنج (برای مثال آمپول‌ها) می‌توانند با محلول دزسنجی پر شده و با دز حداقل 500 Gy پرتودهی شوند. در زمان به کارگیری ظرف برای دزسنجی، محلول پرتودهی شده را دور بریزید، ظرف را حداقل سه مرتبه با محلول پرتودهی نشده شستشو دهید و مجدداً با محلول دزسنج به منظور پرتودهی پر کنید. توصیه می‌شود مدت زمان بین پرکردن، پرتودهی و اندازه‌گیری در حداقل زمان ممکن و ترجیحاً کمتر از چند ساعت باشد (به یادآوری زیریند ۳-۷ مراجعه شود).

۲-۱۰ از آمپول بسته شده یا ظروف شیشه‌ای مناسب دیگر برای نگهداری محلول در حین پرتودهی استفاده کنید.

یادآوری- برای به حداقل رساندن خطاهای ناشی از اختلاف در ویژگی‌های جذب پرتو بین مواد ظرف نگهدارنده و محلول فریک، می‌توان از ظروف پلاستیکی (برای مثال پلکسی‌گلاس یا پلی‌استایرن) برای نگهداری محلول فریک استفاده کرد. گرچه، تداخل‌های ذکر شده در بند ۶ ممکن است منجر به کاهش درستی شود. برای کاهش این مشکلات، می‌توان ظروف پلاستیکی را با پر کردن با محلول دزسنجی و پرتودهی آن‌ها با دز تقریباً 500 Gy آماده کرد. سپس این ظروف باید قبل از استفاده کاملاً با محلول پرتودهی نشده، شستشو شوند.

۸ واکنش‌گرها

۱-۸ خلوص واکنش‌گرها

مواد شیمیایی از نوع واکنش‌گر باید استفاده شوند. در صورتی که یقین حاصل شود که خلوص واکنش‌گر به اندازه کافی بالا است و استفاده از آن موجب کاهش درستی اندازه‌گیری‌ها نمی‌شود، انواع دیگری از واکنش‌گرها نیز ممکن است استفاده شود. روش‌هایی برای به دست آوردن خلوص بالاتر مواد شیمیایی وجود دارد (برای مثال کریستاله کردن^۱ یا تقطیر)، اما در اینجا بحث نمی‌شود.

۲-۹ خلوص آب- از آن جایی که آب سازنده اصلی محلول دزسنجی است و ممکن است منبع اولیه آلودگی باشد، خلوص آن بسیار مهم می‌باشد. توصیه می‌شود از آب دوبار تقطیر حاصل از اتصال دو دستگاه تقطیر تمام شیشه و سیلیکا یا آب حاصل شده از یک واحد خالص ساز تجاری با کیفیت بالا که قابلیت دستیابی به T.O.C^2 با غلظت کمتر از 5 ppb را دارد، استفاده شود. به کارگیری آب دیونیزه شده توصیه نمی‌شود.

یادآوری- آب دوبار تقطیر، تقطیر شده از محلول قلیایی پرمنگنات (KMnO_4) (g ۲ پرمنگنات (KMnO_4) به علاوه g ۵ هیدروکسید سدیم (NaOH) در L ۲ آب تقطیر شده) برای آماده‌سازی روزمره محلول دزسنجی مناسب است. آب با خلوص بالا به

1 -Crystallization

2 -Total Oxidizable Carbon

صورت تجاری در دسترس است. آب با برچسب درجه HPLC^۱ معمولاً به اندازه کافی عاری از ناخالصی‌های آلی برای انجام این استاندارد می‌باشد.

۳-۸ واکنش‌گرها

۱-۳-۸	فروس سولفات آمونیوم - $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.
۲-۳-۸	کلرید سدیم (NaCl).
۳-۳-۸	اسید سولفوریک (H_2SO_4).

۹ آماده‌سازی دزسنجهای

۱-۹ مراحل آماده‌سازی محلول دزسنجهای زیر است:

۱-۱-۹ مقدار g ۰,۳۹۲ از فروس سولفات آمونیوم $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ و g ۰,۰۵۸ از کلرید سدیم (NaCl) را در mL ۱۲,۵ از محلول اسید سولفوریک H_2SO_4 mol/L ۰,۴ حل کنید. محلول را با اسید سولفوریک ۰,۴ مول اشباع شده با هوا در دمای ۲۵ °C، به حجم L ۱ برسانید. برای تهیه محلول L ۰,۴ g اسید سولفوریک ٪ ۹۶,۷ را با آب به حجم L ۱ برسانید. یادآوری - کلرید سدیم برای کاهش هرگونه اثر معکوس^۲ حاصل از ناخالصی‌های آلی در پاسخ دزسنجهای استفاده می‌شود.

۲-۱-۹ اگر محلول نهایی هنوز از هوا اشباع نشده، باید با یکی از روش‌های زیر اشباع شود. معمولاً تکان دادن محلول برای دستیابی به آن کافی است. به عنوان جایگزین، هوای با خلوص بالا را داخل محلول حباب دهی کنید. برای اجتناب از هرگونه آلودگی آلی احتمالی موجود در هوا، احتیاط شود. غلظت اکسیژن در محلول اشباع شده با هوا به روش‌های ذکر شده در این بند، برای تضمین خطی بودن پاسخ دزسنجهای تا Gy ۴۰۰ کافی است. محلول دزسنجهای را در ظروف شیشه‌ای بروسیلیکاتی تمیز در تاریکی نگهداری کنید.

۲-۹ محلول دزسنجهای حاوی غلظت‌های زیر است:

1×10^{-3} mol/L فروس سولفات آمونیوم، 1×10^{-3} mol/L کلرید سدیم و $0,4$ mol/L اسید سولفوریک.

۳-۹ محلول دزسنجهای در دمای اتاق به آرامی اکسید می‌شود که منجر به افزایش در جذب نوری محلول پرتودهی نشده خواهد شد. اگر محلول برای مدتی استفاده نشده است، طبق زیر بند ۴-۱۰ توضیح داده شده جذب نوری محلول پرتودهی نشده را اندازه بگیرید. اگر جذب نمونه با طول مسیر ۱۰ mm بیش از ۰,۱ است، از آن محلول استفاده نکنید. محلول تازه‌ای برای جایگزین کردن آن تهیه کنید.

یادآوری - واکنش اکسیداسیون محلول در دمای اتاق به طور قابل ملاحظه‌ای با نگهداری در دمای خنک می‌تواند کاهش بیابد، اما این فرآیند ممکن است غلظت اکسیژن را تغییر دهد.

۴-۹ ظروف دزسنجهای (آمپول‌ها یا انواع دیگر ظروف) را قبل از پر کردن به منظور پرتودهی، حداقل سه مرتبه با محلول دزسنجهای شستشو دهید. حتی در شستشوی دقیق نیز، همیشه مقداری از محلول در ظرف باقی می‌ماند، شستشوی بعدی به کاهش این اثر کمک می‌کند.

1- High pressure liquid chromatography
2- Adverse effects

۵-۹ ظروف تمیز را با محلول دزسنجی پر کنید. در صورت استفاده از شعله برای بستن^۱ به اقدامات احتیاطی ذکر شده در زیربند ۳-۶ مراجعه شود.

۶-۹ روش تهیه جایگزین با استفاده از محلول غلیظ ذخیره^۲ در پیوست الف توضیح داده می‌شود. هر رقیق‌سازی از محلول ذخیره باید به عنوان یک بهر^۳ مجزا برای هدف کالیبراسیون درنظر گرفته شود.

۱۰ کالیبراسیون سیستم دزسنجی

۱-۱۰ پیش از استفاده، سیستم دزسنجی (شامل یک بهر ویژه از دزسنجها و دستگاه‌های ویژه اندازه‌گیری آن) باید مطابق دستورالعمل مستند کاربر که جزئیات کالیبراسیون و الزامات تضمین کیفیت را مشخص کرده است، کالیبره شود. این کالیبراسیون باید در بازه‌های منظم تکرار شود تا اطمینان حاصل شود که درستی اندازه‌گیری دز جذبی در محدوده مورد نیاز باقی بماند. روش‌های کالیبراسیون در استاندارد ISO/ASTM 51261 توضیح داده شده است.

یادآوری - کیفیت سیستم دزسنجی فریک، در صورتی که به درستی آماده‌سازی و استفاده شود، ذاتاً بالا است و قابلیت تعیین دز با استفاده از مقادیر منتشر شده G یا G' ، یا مقدار حاصل ضرب آن‌ها را دارد. با این حال، دز تعیین شده با این روش نمی‌تواند بدون شواهد تکمیلی دیگر، مانند مقایسه با استانداردهای شناخته شده قابل ردیابی، با استانداردهای ملی یا بین‌المللی قابل ردیابی تلقی شود. برای تکمیل مطالب، جزئیات این روش در پیوست پ آورده شده است، اما استفاده از این روش، در شرایطی که قابلیت ردیابی با استانداردهای ملی یا بین‌المللی یک الزام قانونی است توصیه نمی‌شود.

۲-۱۰ پرتودهی دزسنج‌ها برای کالیبراسیون - پرتودهی یک جزء مهم کالیبراسیون سیستم دزسنجی است.

۱-۲-۱۰ وقتی دزسنج فریک به عنوان یک سیستم دزسنجی استاندارد مرجع استفاده می‌شود، پرتودهی کالیبراسیون باید در یک آزمایشگاه تائید صلاحیت شده انجام شود. (مطابق زیربند ۱-۱-۳).

۲-۲-۱۰ وقتی دزسنج فریک به عنوان یک سیستم دزسنجی روزمره استفاده می‌شود، پرتودهی کالیبراسیون می‌تواند مطابق زیربند ۱-۲-۱۰ انجام شود یا می‌تواند در تأسیسات پرتودهی تحقیقاتی یا تولیدی، همراه با دزسنج‌های استاندارد مرجع یا انتقالی از یک سیستم، که قابلیت ردیابی با استانداردهای شناخته شده ملی یا بین‌المللی را داشته باشد، به کار رود.

۳-۲-۱۰ دز کالیبراسیون را بر حسب دز جذبی در آب مشخص کنید.

۴-۲-۱۰ برای کالیبراسیون در میدان فوتونی، دزسنج فریک باید در شرایط نزدیک به تعادل الکترونی پرتودهی شود.

۵-۲-۱۰ وقتی از باریکه الکترون برای پرتودهی استفاده می‌کنید، دزسنج‌ها را در یک موقعیت مناسب و مشخص درون میدان پرتو قرار دهید.

۶-۲-۱۰ اطمینان حاصل کنید که میدان پرتو درون حجم اشغال شده توسط دزسنج‌ها تا حد ممکن یکنواخت است. تغییرات آهنگ دز در این حجم باید مشخص بوده و عدم قطعیت کالیبراسیون مورد نیاز در محدوده قابل قبول باشد.

- ۷-۲-۱۰ دزسنج باید در میدان پرتوی مشابه از نظر نوع و انرژی با میدان پرتویی مورد استفاده، کالیبره شود، مگر آن که شواهدی برای نشان دادن معادل بودن پاسخ در دسترس باشد.
- ۸-۲-۱۰ هر بهر دزسنج ها را قبل از استفاده کالیبره کنید.
- ۹-۲-۱۰ پنج دزسنج از باقی مانده بهر را جدا کنید و آنها را پر توده نکنید. از آنها برای به دست آوردن استفاده کنید (مطابق زیربند ۹-۵-۱).
- ۱۰-۲-۱۰ دمای دزسنج ها را در حین پر توده کنترل (یا پایش) کنید. دمای متوسط پر توده هر دزسنج را با درستی $\pm 2^{\circ}\text{C}$ یا بهتر، محاسبه یا اندازه گیری کنید.
- ۱۱-۲-۱۰ برای هر مقدار دز جذبی، از یک گروه حداقل سه تایی دزسنج استفاده کنید.
- ۱۲-۲-۱۰ برای به دست آوردن منحنی کالیبراسیون سیستم دزسنجی گروه دزسنج های فوق را حداقل برای ۵ مقدار مشخص دز در گستره کاربرد دزسنج ها، پر توده کنید.
- ۱۰-۳-۱ کالیبراسیون و تصدیق^۱ عملکرد تجهیزات اندازه گیری - برای کالیبراسیون دستگاهها و برای بررسی عملکرد دستگاهها بین کالیبراسیون ها، به استاندارد ISO/ASTM 51261 و کتابچه راهنمای کاربری ویژه هر دستگاه مراجعه کنید.
- ۱۰-۳-۲ مقیاس طول موج طیف نورسنج را چک کرده و درستی آن را مشخص کنید. طیف تابشی از یک لامپ قوسی جیوه ای کم فشار^۲ برای این منظور به کار می رود. چنین لامپی را می توان از سازنده طیف نورسنج یا سایر تأمین کنندگان تجهیزات علمی آزمایشگاهی فراهم کرد. طول موج های استاندارد مناسب دیگر، حاصل از فیلترها یا محلول های اکسید هلمیوم است. (برای جزئیات بیشتر، به استانداردهای ASTM E275 و ASTM E958 و ASTM E925 مراجعه شود).
- یادآوری - برای مثال، محلول های اکسید هلمیوم در کووت های بسته شده برای استفاده در ناحیه طول موج ۲۴۰ nm تا ۶۵۰ nm به عنوان طول موج های استاندارد تأیید شده در دسترس هستند (SRM 2034).
- ۱۰-۳-۳ درستی مقیاس فوتومتریک (جذب) دستگاه طیف نورسنج را، به ویژه در ناحیه فرابنفش، قبل و بعد از هر سری اندازه گیری چک کنید. به این منظور فیلترها یا محلول های جذب استاندارد گواهی شده در دسترس هستند.
- یادآوری - محلول هایی مانند SRM 931f و SRM 935 (به منبع [۷] کتابنامه مراجعه شود). و فیلترهای فلز بر روی - کوارتز مانند SRM 2031 نمونه هایی برای استانداردهای جذب هستند. دقت کنید که SRM 935 یک محلول شیمیایی خالص است که باید توسط کاربر رقیق شود.

1- Verification

2- Low-pressure mercury arc lamp

۴-۱۰ اندازه‌گیری

۱-۴-۱۰ پهنهای باند طیف نورسنج را 2 nm یا کمتر تنظیم کنید. با اسکن طیفی^۱ از یک نمونه پرتودهی شده، طول موج بهینه را برای قله جذب محلول به دست آورید. طول موج بهینه طول موجی است که مربوط به بیشترین مقدار جذب است و باید بین 302 nm تا 305 nm باشد. این قله نسبتاً عریض است و طول موج بهینه بسته به کیفیت طیف نورسنج متفاوت است. طول موج را در مقدار قله تنظیم کنید و اجازه دهید برای اندازه‌گیری های بعدی باقی بماند.

۲-۴-۱۰ بالанс طیف نورسنج را در مسیر نوری فقط با هوا (بدون کووت)، روی صفر تنظیم کنید.

۳-۴-۱۰ یک کوت تمیز (یا فلو سل) با طول مسیر 5 mm تا 10 mm را با آب قطره پر کنید. با دقت هرگونه مایعی را از سطح خارجی کووت پاک کنید. جذب را اندازه‌گیری و ثبت نمایید. (به زیربند ۳-۴-۱۰ مراجعه شود).

یادآوری- شستشوی ناقص کووت (یا فلو سل) حین استفاده از محلول‌های دزسنج ممکن است منجر به خطای ناشی از بهجاماندگی محلول (اختلاط آلودگی‌ها) شود. (برای اطلاعات مربوط به تکنیک‌های کاهش این اثر به منبع [۷] کتابنامه مراجعه شود). استفاده از میکروپیپت‌ها یا دیسپنسرهای همیلتون برای فرایند شستشو توصیه می‌شود. تعیین کیفیت آب از طریق اندازه‌گیری‌های جذب آب معنی دار نیست، زیرا جذب آب خالص، تقریباً 0.0002 در 303 nm است. از دست دادن نور به علت انعکاس از سطوح کووت جذب را افزایش خواهد داد.

۴-۴-۱۰ آب را از کووت (یا فلو سل) خارج کنید و کووت را حداقل دوبار با محلول درون آمپول یا ظرف محتوی دزسنج شستشو دهید. محلول استفاده شده برای شستشوی کووت را دور بریزید و کووت را تا سطح مناسب با محلول مانده درون همان آمپول (یا ظرف محتوی دزسنج) پر کنید. با دقت سطوح خارجی کووت را از محلول پاک کنید. کووت را در محل قراردادن نمونه‌ها در طیف‌نورسنج قراردهید و به محض ثابت شدن مقدار قرائت، جذب را اندازه بگیرید. در صورت لزوم، مقدار جذب را برای دما در حین اندازه‌گیری تصحیح کنید (مطابق زیربند ۱-۷). تصحیح دما باید روی مقدار جذب اندازه‌گیری شده پس از تفریق جذب کووت حاوی آب انجام شود (مطابق زیربند ۴-۴-۱۰). مهم است که مقدار جذب هر دزسنج در همان فاصله زمانی سپری شده پس از قرار گرفتن تحت پرتو نوری طیف نورسنج خوانده شود. این مورد ضروری است زیرا مقدار جذب با گذشت زمانی که دزسنج در معرض پرتو نور قرار می‌گیرد، به آرامی افزایش می‌باید (احتمالاً به خاطر اکسیداسیون محلول توسط نور فرا بنش). این فرایند را برای همه محلول‌های پرتودهی شده و پرتودهی نشده تکرار کنید.

۵-۴-۱۰ صفر طیف نورسنج را پس از هراندازه‌گیری فقط با وجود هوا در مسیر نور چک کنید. محلول پرتودهی نشده را قبل و بعد از خوانده شدن محلول‌های پرتودهی شده، اندازه گیری نمایید. برای مشخص شدن هرگونه آلودگی کووت (یا فلو سل) جذب آب قطره را به صورت متناوب حین فرایند اندازه‌گیری، دوباره اندازه بگیرید و در صورت لزوم اقدامات اصلاحی مناسب را انجام دهید.

۵-۱۰ آنالیز

۱-۵-۱۰ جذب متوسط دزسنج‌های پرتودهی نشده A_0 را محاسبه کنید (به زیربند ۹-۲-۱۰ مراجعه شود). جذب خالص ΔA را برای هر دزسنج پرتودهی شده با کم کردن A_0 از جذب آن (A_1) به صورت زیر محاسبه کنید:

$$\Delta A = A_i - A_0 \quad (5)$$

۲-۵-۱۰ جذب خالص اندازه‌گیری شده ΔA را به جذب خالص مورد انتظار برای دمای پرتودهی C° با استفاده از معادله (۶) تصحیح کنید:

$$\Delta A_{25} = \Delta A / [1 + 0.0012(T_{irrad} - 25)] \quad (6)$$

۳-۵-۱۰ منحنی کالیبراسیون را با رسم مقادیر تصحیح شده ΔA به ازای دز جذبی D تهیه کنید. بهترین برازش^۱ مقادیر را با رابطه تحلیلی مناسب از روش حداقل مربعات فراهم کنید. مقادیر برای این دزسنج‌های فریک بهتر است با یک چند جمله‌ای درجه اول (یا در نقاط انتهایی محدوده دز با یک چند جمله‌ای درجه دو) به صورت زیر برازش شود:

$$\Delta A_{25} = b_0 + b_1 D (+b_2 D^2) \quad (7)$$

۴-۵-۱۰ توصیه می‌شود، برای اندازه‌گیری‌های انجام شده جذب در سلی^۲ با طول مسیر نوری ۱۰ mm، مقدار b_1 تقریباً برابر با 100 Gy^{-1} باشد.

یادآوری- به منظور انجام برازش حداقل مربعات مقادیر به صورت چند جمله‌ای یا صورت‌های تحلیلی دیگر، نرم‌افزارهای کامپیوتربی به صورت تجاری در دسترس هستند. جهت کسب اطلاعات بیشتر در مورد روش‌های ریاضی کار با مقادیر کالیبراسیون به استاندارد ISO/ASTM 51261 مراجعه شود.

۵-۵-۱۰ بهتر است منحنی کالیبراسیون در دز صفر به $\Delta A = 0$ میل کند. مقدار محسوس عرض از مبدأ ΔA نشان‌گر آلدگی محلول دزسنج با ناخالصی‌ها است.

یادآوری- ممکن است محلول‌های ناخالص، پاسخی خطی در رابطه ΔA به ازای دز، اما با یک بهره شیمیایی پرتوی افزایش یافته (G)، نشان دهند. روشی مفید برای بررسی خلوص محلول فریک، مقایسه پاسخ دزسنجی محلول فریک پرتودهی شده (ΔA) با NaCl و بدون آن است (سایر مواد تشکیل دهنده محلول یکسان است). اگر محلول‌ها خالص باشند، اختلاف در پاسخ محلول‌های با NaCl و بدون آن باید کمتر از ۵٪ باشد.

۶-۵-۱۰ مقادیر جذب خالص داده شده کالیبراسیون را با مقادیر مورد انتظار بر اساس مقدار b_1 داده شده در زیریند. ۴-۵-۱۰ در طول مسیر نوری مناسب مقایسه کنید. برای پرتو کیالت-۶۰، در صورتی که محلول‌های دزسنجی به خوبی تهیه شده باشند و همه ابزار مرتبط تحلیل به خوبی کالیبره شده باشند، همخوانی باید در حدود $\pm 2\%$ باشد. توصیه می‌شود هم‌خوانی بین مقادیر پاسخ دزسنجی یک بهر و بهر دیگر در محدوده کاربردی سیستم در حدود $\pm 1\%$ باشد.

۷-۵-۱۰ تحدیدپذیری^۳ (دقت)^۴ نتایج دزسنج‌های مجزا را یا از نتایج تکرار اندازه‌گیری‌ها یا از آمار برازش حداقل مربعات داده‌ها تخمین بزنید. تکرارپذیری، به صورت یک انحراف معیار، نباید از 2% جذب در مسیر نوری ۱۰ mm بیشتر باشد. داده‌های مشکوک کنار گذاشته شده^۵ باید با استفاده از فرآیندهای آماری مانند آنچه که در استاندارد ASTM E178 ذکر شده، مورد بررسی قرار گیرد.

- 1- Fit
- 2- Cell
- 3- Reproducibility
- 4- Precision
- 5- Data outliers

۱۱ به کارگیری سیستم دزسنجی

۱-۱۱ برای بیشتر کاربردها، برای هر اندازه‌گیری دز از حداقل دو دزسنج استفاده کنید. تعداد دزسنج‌های مورد نیاز برای هر اندازه‌گیری دز جذبی در یک ماده یا روی آن، از تکرار پذیری مرتبط با سیستم دزسنجی و عدم قطعیت اندازه‌گیری مورد نیاز مرتبط با کاربرد تعیین می‌شود. پیوست پ استاندارد ASTM E668 یک روش آماری برای تعیین این عدد را شرح می‌دهد.

۲-۱۱ از روش‌های اجرائی پرتودهی و اندازه‌گیری مطابق با زیربندهای ۱۰-۲-۱۰، ۹-۲-۱۰، ۳-۲-۱۰، ۱۰-۲-۱۰، ۴-۱۰ تا ۱۰-۴-۱۰، ۵-۱۰ و ۲-۵-۱۰ استفاده کنید.

۳-۱۱ دز جذبی را با استفاده از مقادیر جذب خالص و منحنی کالیبراسیون تعیین کنید. یادآوری- ممکن است دز جذبی در مواد غیر از آب، که در شرایط یکسان پرتودهی شده باشند با استفاده از فرایندهای ذکر شده در استانداردهای ASTM E666 و ASTM E668 محاسبه شود.

۴-۱۱ همه مقادیر دز جذبی محاسبه شده و سایر داده‌های مرتبط را به صورتی که در بند ۱۲ ذکر شده است، ثبت کنید.

۱۲ حداقل الزامات مستندسازی

۱-۱۲ کالیبراسیون

۱-۱-۱۲ شماره (کد) بهر دزسنج را ثبت کنید.

۲-۱-۱۲ تاریخ، دمای پرتودهی، دمای اندازه‌گیری، تغییرات دما (اگر وجود دارد)، گستره دز، چشمۀ پرتودهی و دستگاه‌های مرتبط مورد استفاده برای کالیبراسیون و آنالیز دزسنج‌ها را ثبت کرده یا ارجاع دهید.

۲-۱۲ کاربرد

۱-۲-۱۲ تاریخ و دمای پرتودهی، تغییرات دما (اگر وجود دارد)، و تاریخ و دمای اندازه‌گیری جذب را برای هر دزسنج ثبت کنید.

۲-۲-۱۲ نوع و مشخصه‌های چشمۀ پرتودهی را ثبت کرده یا ارجاع دهید.

۳-۲-۱۲ جذب، مقدار جذب خالص، تصحیح دما (در صورت کاربرد) و دز جذبی منتج را برای هر دزسنج ثبت کنید. به منحنی کالیبراسیونی که از مقادیر دز جذبی حاصل شده است، مراجعه شود.

۴-۲-۱۲ عدم قطعیت اندازه‌گیری دز جذبی را ثبت کرده یا ارجاع دهید (به بند ۱۳ مراجعه کنید).

۵-۲-۱۲ برنامه تضمین کیفیت اندازه‌گیری مورد استفاده برای کاربرد سیستم دزسنجی را ثبت کرده یا ارجاع دهید.

۱۳ عدم قطعیت اندازه‌گیری

۱-۱۳ لازم است همه اندازه‌گیری‌های دز با تخمینی از عدم قطعیت همراه باشند (به استاندارد ISO/ASTM 51707 و همچنین GUM مراجعه شود).

۲-۱۳ باید همه اجزای عدم قطعیت شامل مواردی که ناشی از کالیبراسیون، تجدیدپذیری دزنچ، تجدیدپذیری تجهیزات و اثر کمیت‌های مؤثر می‌باشد، در تخمین گنجانده شوند. نتایج تحلیل کمی همه اجزای عدم قطعیت به عنوان یک «بودجه عدم قطعیت»^۱ ممکن است، مورد مراجعه قرار گرفته و سپس به صورت جدول ارائه شود. بودجه تخمین عدم قطعیت، همه اجزای مهم عدم قطعیت به همراه روش‌های تخمین آن‌ها، توزیع آماری و بزرگی آن‌ها را مشخص می‌کند.

۳-۱۳ در صورت استفاده از این استاندارد، تخمین عدم قطعیت بسط‌یافته دزجذبی تعیین شده به وسیله این سیستم دزنچی بهتر است کمتر از % ۳ برای ضریب پوششی $k = 2$ (تقریباً مطابق با ضریب اطمینان % ۹۵ برای توزیع نرمال داده‌ها) باشد.

پیوست الف**(آگاهی ذخیره)****روش جایگزین برای آماده‌سازی محلول دزنجدی**

الف-۱ به عنوان یک روش جایگزین برای آماده‌سازی محلول دزنجدی که در زیربند ۱-۹ تشریح شده، محلول‌های ذخیره با دو غلظت مجزا ممکن است تهیه شود و در صورت لزوم رقیق شود.

الف-۲ محلول غلیظ ذخیره^۱ به صورت زیر تهیه می‌شود:

الف-۱-۲ مقدار g ۱۹,۶۰۸ فروس سولفات آمونیم را در ۵۰ mL ۰,۴ mol/L (H₂SO₄)₂۰,۰۴ حل کنید و اسید سولفوریک ۰,۴ mol/L را به آن بیافزایید تا محلول را به حجم ۱۰۰ mL برسانید. غلظت فروس سولفات (NH₄)₂Fe(SO₄)₂.6H₂O ۰,۵ mol/L حاصل است.

الف-۲-۲ مقدار g ۲,۹۲۳ سدیم کلرید را در ۵۰ mL ۰,۴ mol/L اسید سولفوریک حل کنید و محلول را با اضافه کردن اسید سولفوریک ۰,۴ mol/L به حجم ۱۰۰ mL برسانید. غلظت سدیم کلرید NaCl حاصل، ۰,۵ mol/L است.

الف-۳-۲ این محلول‌های ذخیره را در ظرف‌های تمیز شیشه‌ای بوروسیلیکات و در جای تاریک نگهداری کنید.

الف-۳-۳ محلول دزنجدی را از محلول‌های غلیظ به صورت زیر آماده کنید:

الف-۱-۳ ۱ mL محلول فروس سولفات آمونیم و ۱ mL محلول سدیم کلرید را از محلول‌های ذخیره با پیپت برداشته و در ظرف حجمی ۵۰۰ mL برشیزید.

الف-۲-۳ اسید سولفوریک ۰,۴ mol/L به آن بیافزایید تا ۵۰۰ mL محلول تهیه شود.

الف-۴-۳ محلول دزنجدی حاصل شده غلظت مولی یکسانی با آنچه در زیربند ۲-۹ ذکر شد، دارد.

الف-۵ هر بار که نیاز شد، محلول دزنجدی تازه تهیه کنید و در ظرف تمیز شیشه‌ای بوروسیلیکات در جای تاریک نگه دارید.

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

روش تعیین ۴ برای یون‌های فریک

ب-۱ هرچند در پیوست پ توصیه شده که ضریب G در محاسبه دز استفاده شود، ولی مزایایی در تعیین مقدار تجربی ۴ برای هر طیف نورسنج خاص مورد استفاده در اندازه‌گیری جذب دزنج، وجود دارد. با انجام این کار، کارایی طیف نورسنج به صورت مستقل تأیید می‌شود. یک سری از محلول‌های یون فریک با غلظت‌های متفاوت، تهیه شده و با طیف نورسنج اندازه‌گیری می‌شود. ضریب جذب خطی مولی از شیب منحنی (منحنی $\Delta A/d$ بر حسب غلظت) به دست می‌آید. شیب باید مقداری نزدیک $219 \text{ m}^2/\text{mol}$ داشته باشد.

ب-۲ محلول غلیظ یون فریک را به صورت زیر تهیه کنید:

ب-۲-۱ در حدود 100 mg سیم آهنی خالص از نظر اسپکتروگرافی (خلوص حداقل $99,99\%$) را با دقت $0,1 \text{ mg}$ وزن کنید.

ب-۲-۲ سیم آهنی را در یک ظرف حجمی گردن بلند^۱ 1000 mL کالیبره شده قرار دهید.

ب-۲-۳ مقدار 60 mL آب مقطر و $22,5 \text{ mL}$ اسید سولفوریک غلیظ ($چگالی 1,84 \text{ g/cm}^3$) به آن اضافه کنید.

ب-۲-۴ ظرف در باز حاوی محلول را به آرامی زیر هود گرما دهید تا زمانی که سیم به‌طور کامل حل شود. با یک بشر که در دهانه ظرف برعکس شده، اجازه دهید تا محلول خنک شود. در حین این فرایندها، به منظور جلوگیری از هدر رفتن محلول، گردن ظرف را در زاویه 45° درجه نسبت به افق ثابت نگه دارید.

ب-۲-۵ 3 mL تا 5 mL محلول پراکسید هیدروژن (H_2O_2) 35% را به ظرف محلول اضافه کنید و زیر دستگاه میغان برای مدت 30 دقیقه تا 1 ساعت بجوشانید، یا تا هنگامی که حباب‌های اضافی پراکسید خارج شود. اجازه دهید ظرف خنک شود و آن را در محلی که ترمومترات آن روی $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$ تنظیم شده قرار دهید. H_2O_2 کم کم در 303 nm جذب می‌شود، بنابراین خارج شدن حباب‌ها الزامی است.

ب-۲-۶ محلول را با آب مقطر تا رسیدن به حجم 1000 mL رقیق کنید.

ب-۳ مولاریته (mol/L) یون‌های فریک، C_{ref} ، در این محلول مرجع به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$C_{\text{ref}} = m_{\text{Fe}} \cdot k / V \quad (\text{ب-1})$$

که در آن:

m_{Fe} جرم آهن حل شده بر حسب kg

V حجم نهایی محلول بر حسب L

K ضریب تبدیل برابر با $17,91 \text{ mol/kg}$ برای آهن است.

ب-۴ محلول مرجع، جذبی در حدود 4 در 303 nm خواهد داشت. نمونه‌هایی با حجم 1 ml ، 5 ml ، 10 ml ، 15 ml و 20 ml از محلول مرجع را داخل 6 ظرف حجمی 100 ml با پیپت جدا کنید. هر نمونه را با

اسید سولفوریک mol/L^{۰/۴}، با پر کردن ظرف تا ۱۰۰ ml رقیق کنید. این نمونه‌ها باید جذبی در گستره در حدود ۰/۰۴ تا ۱ داشته باشند.

ب-۵ مولاریته هر نمونه محلول رقیق شده C_s به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$C_s = C_{ref}/S \quad (b-2)$$

که در آن:

S حجم نهایی (100 mL) تقسیم بر حجم‌های نمونه‌های اولیه (1 ml، ۵ ml، ۱۰ ml، ۱۵ ml، ۲۰ ml و ۲۵ ml) است.

ب-۶ جذب محلول نمونه رقیق شده را در یک کووت با طول مسیر نوری ۱۰ mm در دمای ۰/۵ °C ± ۰/۵ °C با به کارگیری روش‌های ذکر شده در زیربند ۳-۱۰ اندازه بگیرید.

ب-۷ مقادیر جذب واحد طول مسیر نوری ($\frac{\text{جذب}}{\text{طول مسیر نوری}}$) را بر حسب غلظت نمونه‌ها رسم کنید. نتیجه باید خط راستی شود که شیب آن، ضریب جذب خطی مولی است. این شیب بدست آمده را با مقدار مرجع ۲۱۹ m²/mol مقایسه کنید.

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

روش اجرایی محاسبه دز براساس ϵ و G

پ-۱ متوسط جذب دزسنج‌های پرتودهی نشده A_0 را محاسبه کنید (به زیریند ۹-۲-۱۰ مراجعه شود). جذب خالص (ΔA) را برای هر دزسنج پرتودهی شده را با تفریق A_0 از جذب آن (A_i) به صورت زیر محاسبه کنید:

$$\Delta A = A_i - A_0 \quad (\text{پ-۱})$$

پ-۲ معادله پایه برای محاسبه دز جذبی در محلول دزسنج D_F به صورت زیر است:

$$D_F = \Delta A / (\epsilon \cdot G \cdot \rho \cdot d) \quad (\text{پ-۲})$$

که در آن:

D_F دز جذبی محلول فریک بر حسب (Gy)

ΔA جذب خالص در طول موج بهینه (nm) ۳۰۵ تا ۳۰۲

ρ چگالی محلول دزسنجی برابر با $1/0.24 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ در دمای 25°C

ϵ ضریب جذب خطی مولی مربوط به یون‌های فریک (Fe^{+3}) بر حسب mol^2/mol

G بهره شیمیایی پرتویی یون‌های فریک (Fe^{+3}) بر حسب mol/J

d مسیر نوری محلول دزسنجی داخل کوتوله بر حسب . m

پ-۳ هنگام استفاده از معادله (پ-۲)، مقادیر پارامترها در سمت راست معادله باید مقادیر برای دماهای مناسب باشند. بدین معنی که، مقدار ϵ باید در دمایی باشد که جذب محلول فریک در آن دما اندازه‌گیری شده و مقدار G باید در دمایی باشد که محلول فریک پرتودهی شده است. مقادیر ϵ و G در دمای 25°C مشخص است و ضرایب دمایی آن‌ها نیز مشخص است. مقادیر ϵ و G یا حاصل ضرب آنها $G \cdot \epsilon$ در دمای دلخواه $T^\circ\text{C}$ از معادله (پ-۳) و (پ-۴) (به مدرک NRCC قسمت PIRS-0815 مراجعه شود) قابل محاسبه است. هر دو مقدار (Fe^{+3}) و G با افزایش دما افزایش می‌یابند.

$$\epsilon_{T\text{meas}} = \epsilon_{25} [1 + 0.0069(T_{\text{meas}} - 25)] \quad (\text{پ-۳})$$

$$G_{T\text{irrad}} = G_{25} [1 + 0.0012(T_{\text{irrad}} - 25)] \quad (\text{پ-۴})$$

پ-۴ مقادیر ρ و d باید با مقادیرشان در دمای محلول فریک حين اندازه‌گیری جذب، سازگار باشند. به کارگیری مقادیر «دمای اتاق» برای دزسنجی دقیق، عموماً مناسب به نظر می‌رسد. معادله‌های (پ-۳) و (پ-۴) برای گستره دمای پرتودهی 10°C تا 60°C و گستره دمای اندازه‌گیری جذب از 15°C تا 35°C معتبر هستند.

یادآوری- بر اساس معادله‌های (پ-۳) و (پ-۴) مشاهده می‌شود که $(\text{Fe}^{+3})\epsilon$ و $G(\text{Fe}^{+3})$ با افزایش دما افزایش می‌یابند. مقادیر توصیه شده برای ϵ و G در دمای 25°C ، $\epsilon=219 \text{ m}^2/\text{mol}$ و $G=1.61 \times 10^{-6} \text{ mol/J}$ هستند (به مدرک ICRU Report 14 و ICRU Report 35 مراجعه شود).

در پیوست ب-۲ یک روش اجرایی برای تعیین ϵ ارائه شده است.

پ-۵ مقادیر ϵ و G ممکن است با توجه به معادله‌های (پ-۳) و (پ-۴) برای دما تصحیح شوند. دمایی که در آن جذب محلول فریک اندازه‌گیری می‌شود و دمایی که در آن پرتودهی می‌شود، باید مشخص باشند.

$$D_F = \frac{\Delta A [1 + 0.0069(25 - T_{meas})] [1 + 0.0012(25 - T_{irrad})]}{(\epsilon_{25} \cdot G_{25} \cdot \rho \cdot d)} \quad (\text{پ-۵})$$

یادآوری- با آوردن «تصحیح دمایی» از مخرج به صورت کسر، تغیریق دما داخل پرانتز بر عکس شده است. این راه دقیقی برای به دست آوردن نتایج معادله‌های (پ-۳) و (پ-۴) نیست، ولی خطاهای ایجاد شده، معمولاً قابل چشم‌پوشی در نظر گرفته می‌شوند. برای مثال، اگر جذب در دمای 30°C اندازه‌گیری شود، معادله (پ-۵) مقداری $1/10$ کوچکتر از معادله (پ-۳) می‌دهد و اگر دمای پرتودهی 60°C باشد، معادله (پ-۳) مقداری $1/20$ کوچکتر از معادله (پ-۴) می‌دهد.

پ-۶ برای محاسبه دز جذبی در آب، D_w ، از معادله زیر استفاده کنید (به گزارش ICRU 35 مراجعه شود):

$$D_w = 1.004 D_F \quad (\text{پ-۶})$$

پ-۷ دز جذبی در آب، D_w ، از میانگین دز جذبی در محلول فریک، D_F ، با استفاده از معادله زیر نیز می‌تواند تعیین شود (به مدرک ICRU Report 64 مراجعه شود):

$$D_w = (\mu_{en}/\rho)_{W,F} \cdot P_{W,F} \cdot D_F \quad (\text{پ-۷})$$

که در آن:

$$(\mu_{en}/\rho)_{W,F} \text{ نسبت ضریب جذب ارزی-جرمی آب به محلول فریک است؛}$$

$P_{W,F}$ ضریب تصحیح اختلال تولید شده به وسیله ظرف دزسنج است در صورتی که معادل آب نباشد. اگر از یک سل پرتودهی پلاستیکی ساده استفاده شود، معمولاً $P_{W,F}$ قابل چشم‌پوشی است.

پ-۸ ترجیحاً استفاده از حاصل ضرب $G \cdot \epsilon$ در (معادلات (پ-۳) و (پ-۴)) به جای تعیین جداگانه مقادیر ϵ و G توصیه می‌شود (به مدرک ICRU Report 35 مراجعه شود). این به خاطر خطاهای سیستماتیک بزرگی است که در اندازه‌گیری ϵ مشاهده شده است. برای پرتودهی و اندازه‌گیری جذب در 25°C مقدار توصیه شده برای $\epsilon \cdot G$ در 30°nm برابر با $3.52 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{J}$ است. برای پرتودهی یا اندازه‌گیری جذب در دمای به جز 25°C ، مقدار $\epsilon \cdot G$ را با استفاده از معادلات (پ-۳) و (پ-۴) تصحیح کنید.

پ-۹ برای پرتودهی و اندازه‌گیری جذب در دمای 25°C با کوتوبال با طول مسیر نوری 10 mm و استفاده از مقدار توصیه شده $G \cdot \epsilon$ در پ-۸، معادله (پ-۲) به صورت زیر ساده‌سازی می‌شود :

$$D_w = 278 \Delta A \quad (\text{پ-۸})$$

یادآوری- محلول‌های ناخالص ممکن است یک پاسخ خطی بر حسب ΔA به ازای دز، اما با یک بهره شیمیایی پرتودی (G) افزایش یافته نشان دهنده، یا ناخالص‌ها ممکن است منجر به تغییرات پاسخ در دزهای کم شود که باعث ایجاد عرض از مبدأ قابل توجه‌های در تابع ΔA بر حسب دز می‌شود. روشی مفید برای آزمودن خلوص محلول فریک، مقایسه پاسخ دزسنجی (ΔA) محلول فریک پرتودهی شده با NaCl و بدون آن (بقیه مراحل آماده سازی مشابه هستند) است. اگر محلول‌ها خالص باشند، تفاوت در پاسخ محلول‌های با NaCl و بدون آن باید کمتر از 5% باشد.

پیوست ت

(آگاهی دهنده)

تغییرات در استاندارد ملی که به روش پذیرش «ترجمه تغییر یافته» تدوین شده است

ت-۱ کلیات

تغییرات اعمال شده در متن استاندارد منبع در زیر بندهای زیر ارائه شده است.

ت-۱-۱ بخش‌های جایگزین شده

- زیربند ۱-۷ منبع با «هشدار» جایگزین شده است..

- بند ۴ منبع با عنوان «اهمیت و کاربرد» به زیربندهای ۱-۶ و ۱-۷ منتقل شده است.

ت-۱-۲ بخش‌های اضافه شده

- پیوست آگاهی‌هنده ت اضافه شده است.

کتابنامه

- [1] Sehested, K., "The Fricke Dosimeter," Manual on Radiation Dosimetry, edited by Holm, N. W., and Berry, R. J., Marcel Dekker,
- [2] Holm, N. W., and Zagorski, Z. P., "Aqueous Chemical Dosimetry", Manual on Radiation Dosimetry, edited by Holm, N. W., and Berry, R. J., Marcel Dekker, pp. 87–104, 1970.
- [3] Sharpe, P. H. G., and Burns, D. T., "The Relative Response of Fricke, Dichromate and Analine Dosimeters to ^{60}Co and High Energy Electron Beam Radiation," Journal of Radiation Physics and Chemistry, Vol 46, 1995, p. 1273.
- [4] Fricke, H., and Hart, E. J., "Chemical Dosimetry," Radiation Dosimetry, 2nd Edition, Vol 2, Academic Press, pp. 167–239, 1966.
- [5] McLaughlin, W. L., Boyd, A. W., Chadwick, K. H., McDonald, J. C., and Miller, A., Chapter 8 and Appendix X2 in Dosimetry for Radiation Processing, Taylor and Francis, London, 1989.
- [6] Ellis, S. C., "The Dissemination of Absorbed Dose Standards by Chemical Dosimetry Mechanism and Use of the Fricke Dosimeter," Ionizing Radiation Metrology, pp. 163–180, 1977.
- [7] Burke, R. W., and Mavrodineanu, R., "Standard Reference Materials: Certification and Use of Acidic Potassium Dichromate Solutions as an Ultraviolet Absorbance Standard-SRM 935," NBS Special Publication 260-54, 1977.