



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۰۶۳

چاپ اول

فروردین ۱۳۹۲

INSO

16063

1st. Edition

Apr.2013

توصیف و عملکرد اندازه‌گیری طیف‌سنج‌های  
نوری مرئی و ماوراء بنفش

**Describing and Measuring Performance of  
Ultraviolet and Visible Spectrophotometers**

ICS:17.180.30

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود 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، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

### « توصیف و عملکرد اندازه‌گیری طیف‌سنج‌های نوری مرئی و ماوراء بنفش »

#### رئیس:

احمدی، حاجی رضا  
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

#### دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه  
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

#### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اعتضاد زاده، پرناز  
(کارشناسی مهندسی مکانیک)  
اداره کل استاندارد استان همدان

ایزدی، حسین  
(کارشناسی فیزیک)  
اداره کل استاندارد استان همدان

پیری، احسان  
(کارشناسی مهندسی معدن)  
شرکت کاوش خاک آریا

پیری، جمشید  
(کارشناسی ارشد ژئوفیزیک)  
دانشگاه آزاد اسلامی واحد بهار

ردائی، احسان  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)  
اداره کل استاندارد استان همدان

رضوی، رخساره  
(کارشناسی فیزیک)  
سازمان ملی استاندارد ایران

عندلیبی، مریم  
(کارشناسی شیمی)  
آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه

هاشمی، محمد  
(کارشناسی فیزیک)  
اداره کل استاندارد استان همدان

دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی  
(دکتری شیمی تجزیه)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ ارجاع به این استاندارد در استانداردها
۲	۵ پارامترها در طیف‌سنج نوری
۳	۶ عملیات دستگاهی
۴	۷ درستی و دقت طول موج
۴	۸ طول‌موج‌های مرجع در ناحیه‌ی ماوراء بنفش
۸	۹ طول‌موج‌های مرجع در ناحیه مرئی
۹	۱۰ روش اجرایی اندازه‌گیری
۱۰	۱۱ پهنای باند طیفی
۱۰	۱۲ خطی بودن رابطه جذب-غلظت
۱۱	۱۳ روش اجرایی اندازه‌گیری برای خطی بودن
۱۱	۱۴ روش اجرایی اندازه‌گیری برای دقت نورسنجی
۱۲	۱۵ درستی نورسنجی
۱۲	۱۶ اندازه‌گیری درستی نورسنجی
۱۳	۱۷ سلول‌های جذب
۱۳	۱۸ سلول‌ها برای ناحیه‌های مرئی و فرابنفش
۱۴	۱۹ هندسه‌ی نوری طیف‌سنج نوری
۱۵	۲۰ گزارش آزمون

## پیش‌گفتار

استاندارد "توصیف و عملکرد اندازه‌گیری طیف‌سنج‌های نوری مرئی و ماوراء بنفش" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت رویان پژوهان سینا تهیه و تدوین شده و در دویست و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه‌سناسی، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۱۳۹۱/۱۲/۲۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM E 275:2013, Standard Practice for Describing and Measuring Performance of  
Ultraviolet and Visible Spectrophotometers

## مقدمه

در ایجاد یک روش طیف‌سنجی نوری، تشریح تجهیزات و کارایی مورد نیاز برای برقراری دقت و درستی، از مسئولیت ایجاد کننده روش است. لازم است در کاربردهای روش شرایط استفاده این کارایی مشخص شود. آزمون‌ها و اندازه‌گیری‌های مذکور در این استاندارد به منظور تعیین شرایط تجربی مورد نیاز برای یک روش تجزیه‌ای ویژه می‌باشد. این استاندارد برای دو منظور به کار می‌رود، در منظور اول تجزیه‌گر، تجزیه‌ی خاصی را در نظر دارد که در مورد آن الزامات برای عملکرد دستگاهی را شرح می‌دهد یا اینکه او در نظر دارد قابلیت یک دستگاه را برای انجام یک تجزیه‌ی خاص مورد آزمون قرار دهد. برای انجام این دو منظور، ضروریست عملکرد دستگاهی بر حسب عوامل کنترل کننده‌ی آزمون به دست آید. متأسفانه این موضوع که تمام عوامل تاثیرگذار روی نتایج یک تجزیه، برای انواع مختلف تجهیزات طیف‌سنجی نوری که به سهولت قابل اندازه‌گیری و مشخص کردن هستند، واقعیت دارد.

از میان عوامل بسیار که نتایج تجزیه‌ای را کنترل می‌کنند، این استاندارد عوامل ضروری از قبیل درستی طول موج، درستی نورسنجی، نور هرز، تفکیک‌پذیری و خصوصیات سلول‌های جذب را به عنوان متغیرهای طیف سنج نوری که توسط تجزیه‌گر برای به دست آوردن داده‌ها تغییر داده می‌شوند، را پوشش می‌دهد. دیگر عوامل مهم، به ویژه آنهایی که در اساس به طراحی دستگاه وابسته هستند نیز با این استاندارد پوشش داده می‌شوند.

## توصیف و عملکرد اندازه‌گیری طیف‌سنج‌های نوری مرئی و ماوراء بنفش

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن به عهده کاربر این استاندارد است.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد توصیف الزامات عملکرد طیف‌سنج نوری، به ویژه برای روش‌های آزمون و آزمون مناسب بودن تجهیزات موجود برای یک روش خاص می‌باشد (برای مثال، صلاحیت برای یک کاربرد معلوم). این آزمون‌ها اندازه‌گیری بعضی پارامترهای مهم کنترل‌کننده‌ی نتایج بدست آمده در روش‌های طیف‌سنجی نوری را ارائه می‌دهد، اما به طور خاص نباید اینگونه نتیجه‌گیری کرد که همه‌ی عوامل دخیل در عملکرد دستگاهی اندازه‌گیری می‌شوند، یا ممکن است برای کاربرد معین مورد نیاز باشند.

این استاندارد در درجه‌ی اول برای طیف‌سنج‌های نوری پاشنده مورد استفاده برای اندازه‌گیری عبور نسبت به دستگاه‌هایی که برای انتشار پراکنده یا بازتاب پراکنده طراحی شده‌اند، کاربرد دارد.

این استاندارد به تجزیه‌گر اجازه می‌دهد تا عملکرد کلی یک دستگاه، به صورتی که در روش طیف‌سنجی نوری خاص مورد استفاده قرار می‌گیرد، را با عملکرد دستگاه مورد استفاده برای ایجاد روش مقایسه کند.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره، ۱۴۹۰۸: سال ۱۳۹۱، طیف‌سنج‌های مرئی - ماورابنفش - اندازه‌گیری پهنای باند طیفی قابل استفاده - روش آزمون

2-2 ASTM E 131 , Terminology Relating to Molecular Spectroscopy

2-3 ASTM E 168, Practices for General Techniques of Infrared Quantitative Analysis

2-4 ASTM E 169, Practices for General Techniques of Ultraviolet-Visible Quantitative Analysis

2-5 ASTM E 387, Test Method for Estimating Stray Radiant Power Ratio of Dispersive Spectrophotometers by the Opaque Filter Method



### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده مطابق استاندارد ASTM E 131: 2010 اصطلاحات و تعاریف زیر نیز کاربرد دارد.

#### ۱-۳

#### درستی طول موج

انحراف از میانگین طول موج خوانده شده در یک نوار جذب یا نوار نشری از طول موج مشخص نوار.

#### ۲-۳

#### دقت طول موج

مقیاسی از توانایی یک طیفسنج نوری برای برگشت به همان موقعیت قبلی طیفی اندازه‌گیری شده توسط یک نوار جذبی یا نوار نشری با طول موج معلوم، در هنگام راه‌اندازی مجدد دستگاه و یا قرائت در یک طول موج مشخص می‌باشد. شاخص دقت مورد استفاده در این استاندارد، انحراف استاندارد می‌باشد.

### ۴ ارجاع به این استاندارد در استانداردها

۱-۴ ارجاع به این استاندارد در هر روش آزمون طیف سنج نوری (به طور ترجیحی در بخش وسایل که دستگاه طیف‌سنج نوری شرح داده می‌شود) باید به صورت یادآوری مبنی بر اینکه مناسب بودن عملکرد طیف‌سنج نوری با این استاندارد ارزیابی شود، آورده شود. عملکرد هنگامی مناسب در نظر گرفته می‌شود که دستگاه بتواند به طریقی عمل کند که نتایج حاصل شده از آن با نتایج بدست آمده از دستگاه‌های مورد استفاده برای طراحی روش یا در آزمون مشارکتی روش برابر باشد.

۲-۴ پیشنهاد می‌شود که دستگاه‌ها بر حسب نتایج به دست آمده از به کارگیری این استاندارد برای دستگاه‌های استفاده شده در ایجاد روش، شرح داده شوند. توصیه می‌شود این توصیف یک مقدار عددی داشته باشد تا درستی طول موج، تکرارپذیری طول موج، درستی نورسنجی و تکرارپذیری نورسنجی به دست آمده برای حصول نتایج قابل قبول را نشان دهد. توصیه می‌شود یک پهنای باند طیفی بیشینه، همراه با طیف نمونه‌وار ترکیبات تعیین شونده، جهت نشان دادن مناسب بودن تفکیک جهت انجام تجزیه داده شود. اگر در یک تجزیه خاص، فقط بخش خطی منحنی تجزیه‌ای (جذب بر حسب سانتی‌متر در برابر غلظت) مشخص شود یا اگر یک منحنی غیر خطی وجود دارد، ممکن است استفاده از روش‌های محاسبه‌ی ویژه مشخص شود. به دلیل اینکه منحنی کاری غیر خطی به مقدار قابل توجهی با زمان و دستگاه مورد استفاده تغییر می‌کند، مشخص کردن مقدار انحناء در صورت استفاده از یک منحنی کاری غیر خطی، مجاز نمی‌باشد.

### ۵ پارامترها در طیف‌سنج نوری

۱-۵ هر طیف‌سنج نوری ممکن است به صورت یک منبع انرژی تابش، یک عنصر پخش‌کننده نور و یک آشکارساز همراه با یک نورسنج برای اندازه‌گیری قدرت نسبی تابش توصیف شود. طیف سنج نوری درست شامل تعداد زیادی از عوامل وابسته به هم می‌باشد، که کیفیت انرژی تابش عبوری از میان نمونه و حساسیت

و میزان خطی بودن انرژی تابشی را تعیین می‌کند. با فرض مناسب بودن دستگاه و مناسب بودن استفاده از آن، عوامل دستگاهی عهده‌دار عدم درستی در طیف سنج نوری عبارتند از تفکیک‌پذیری، خطی بودن، انرژی تابش هرز و ثابت‌های سلول. اندازه‌گیری دقیق این عوامل فراتر از دامنه کاربرد این استاندارد می‌باشد. اندازه‌گیری انرژی تابش هرز مطابق استاندارد ASTM E 387:2009 و تفکیک‌پذیری مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۹۰۸: سال ۱۳۹۱ شرح داده شده است.

۲-۵ درستی طیف‌سنج‌های نوری پیشرفته از درستی به دست آمده توسط بیشتر تجزیه‌گرها، بیشتر است. مشکل در انتخاب و استفاده‌ی مناسب از دستگاه‌ها است. به منظور اطمینان از دستگاه‌وری و استفاده مناسب آن در یک روش طیف‌سنجی نوری خاص، ضروری است تجزیه‌گر عوامل خاص کنترل‌کننده‌ی نتایج را ارزیابی کند. این پارامترها عبارتند از درستی و دقت طول موج، درستی و دقت نورسنجی، پهنای باند طیفی و ثابت‌های سلول جذب. اندازه‌گیری نامطلوب هر یک از این عوامل ممکن است به دلیل نامناسب بودن دستگاه یا استفاده‌ی نامناسب دستگاه موجود باشد. بنابراین اولین الزام تعیین انطباق عملکرد دستگاه بر اساس دستورالعمل سازنده می‌باشد. سپس آزمون‌ها باید برای تعیین عملکرد یک دستگاه بر حسب هر یک از عوامل مذکور در بند ۱-۵ و ۲-۵ انجام شوند. در نهایت، تغییرات در هندسه‌ی نوری و اثرات آن‌ها در تحقق عملکرد دستگاهی مناسب مطرح می‌شود.

## ۶ عملیات دستگاهی

۱-۶ در به دست آوردن داده‌های طیف سنج نوری، تجزیه‌گر باید شرایط عملیاتی دستگاهی مناسب را به منظور تحقق عملکرد مناسب دستگاه انتخاب کند. شرایط عملکردی برای هر دستگاه، به دلیل تنوع طراحی دستگاه‌ها، از مستندات ارائه شده توسط سازنده استفاده می‌شود. توصیه می‌شود سندی از شرایط عملکردی انتخابی نگهداری شود، چراکه ممکن است آن‌ها تکرار شوند.

۲-۶ از آنجایی که آزمون‌ها برای عملکرد دستگاهی مناسب با طراحی دستگاه تغییر می‌کنند، لازم است تا به پیشنهادات تولید کننده اعتماد کرد. توصیه می‌شود این آزمون‌ها شامل مستندسازی عوامل زیر در عملیات دستگاهی و یا معادل آن‌ها باشند.

۱-۲-۶ دمای محیط

۲-۲-۶ زمان پاسخ

۳-۲-۶ نسبت سیگنال به نوفه

۴-۲-۶ تکرارپذیری مکانیکی

۵-۲-۶ عوامل روبشی برای دستگاه‌های ثبت کننده

۶-۲-۶ پایداری دستگاه

۳-۶ هر یک از عوامل در عملیات دستگاهی در اندازه‌گیری طول موج تحلیلی و داده‌های نورسنجی مهم می‌باشد. برای مثال ممکن است تغییرات در دقت و درستی طول موج به دلیل تغییرات دمای محیطی

قسمت‌های مختلف تک فام ساز ایجاد شود. ارتباط جذب به طول موج و محاسبات داخلی (یا تصحیح‌ها) می‌تواند اندازه‌گیری طول موج برای دستگاه‌های دیجیتالی را تحت تاثیر قرار دهد. در طیف‌سنج‌های نوری روبشی، همواره مقداری وقفه بین قرائت ثبت شده و قرائت صحیح وجود دارد. بنابراین ضروری است شرایطی از عملکرد انتخاب شود که این اثر را ناچیز و یا تکرارپذیر کند. توصیه می‌شود سرعت‌های روبش طوری انتخاب شوند که مطمئن شد سامانه‌ی آشکارسازی توانایی درک علامت از خطوط نشری یا باندهای جذبی باریک را داشته باشد. روبش‌های خیلی سریع ممکن است طول‌موج ظاهری را به سمت جهت پایش جابجا کرده و پیک‌های جذب خوانده شده با سرعت روبش تغییر کنند. یک تغییر در زمان پاسخ دستگاه ممکن است جابجایی‌های طول موج ظاهری را ایجاد کند. تکرارپذیری مکانیکی قسمت‌های مختلف تکفام‌ساز و سامانه‌های ثبت در اندازه‌گیری طول موج بسیار مهم می‌باشند. دستورالعمل به دست آوردن تکرارپذیری مکانیکی مناسب به طور معمول در دستورالعمل سازنده ارائه می‌شود.

۴-۶ ممکن است طیف‌سنج‌های نوری دیجیتالی و طیف‌سنج‌های نوری با آرایه‌ی دیودی، قبل از اندازه‌گیری درستی طول موج یا جذب، به یک کالیبراسیون معمولی نیاز داشته باشند. از دستورالعمل سازنده برای هر یک از این روش‌ها استفاده کنید.

## ۷ درستی و دقت طول موج

### ۱-۷ ماهیت آزمون

۱-۷ در اغلب روش‌های طیف‌سنجی نوری از ترکیبات خالص یا مخلوط‌های معلوم به منظور کالیبراسیون دستگاه‌ها به صورت نورسنجی در طول‌موج‌های تجزیه‌ای مشخص شده استفاده می‌شود. ممکن است این مواد مرجع به سادگی استانداردهای تهیه شده در آزمایشگاه باشند یا مواد مرجع گواهی‌شده (CRMs) باشند، که مقدار طول موج گواهی‌شده، از طریق یک منبع اولیه مانند یک آزمایشگاه مرجع ملی و یا استاندارد فیزیکی قابلیت ردیابی دارد. طول موجی که در آن یک تجزیه انجام می‌شود، از صفحه نمایش تکفام‌ساز، از بازخوان دیجیتالی، از کامپیوتر متصل یا از یک نمودار در دستگاه‌ها ثبت خوانده می‌شود. به منظور انجام دوباره‌ی اندازه‌گیری‌ها به طور مناسب، ضروریست تجزیه‌گر بیان عدم قطعیت همراه با طول موج تجزیه‌ای انتخاب شده را بررسی و ذکر کند.

۲-۷ طیف همراه، برای نشان دادن موقعیت طول موج‌های مرجع انتخابی مفید، داده می‌شود. مقادیر عددی در واحدهای طول موج (نانومترها، اندازه‌گیری شده در هوا) داده می‌شوند. طول موج‌های مرجع مورد نظر در مرجع [۱] داده شده است.

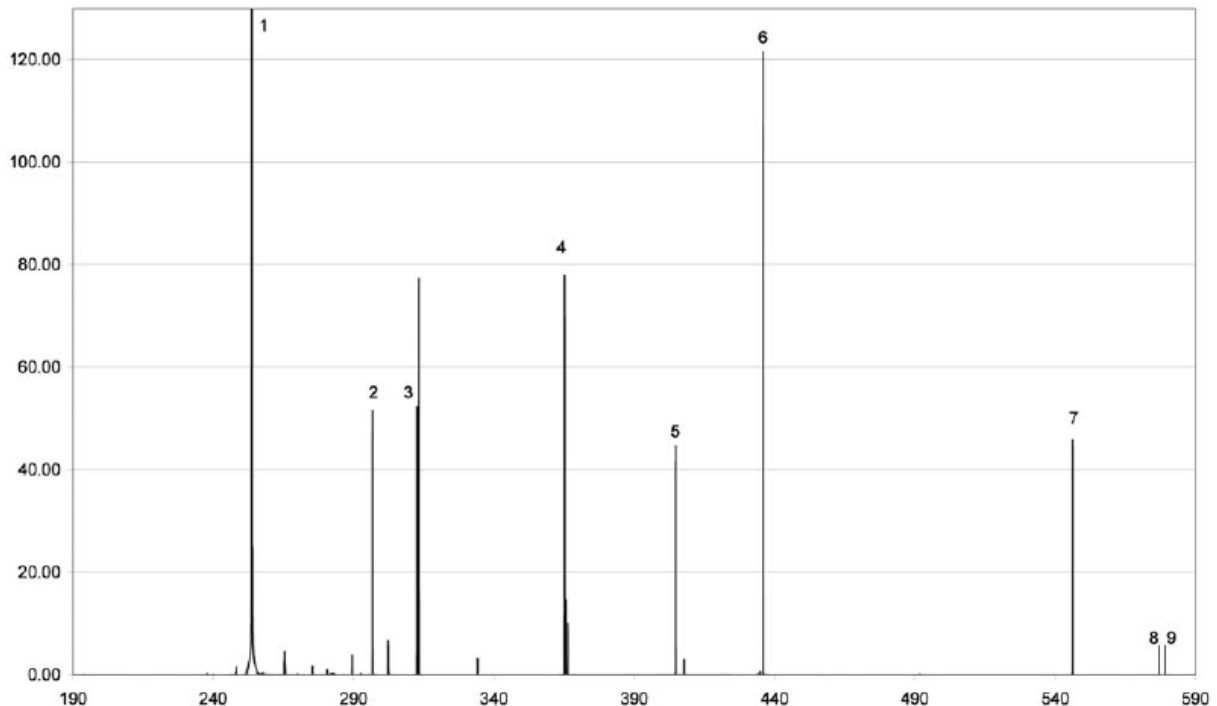
## ۸ طول‌موج‌های مرجع در ناحیه‌ی ماوراء بنفش

۱-۸ رایج‌ترین طیف‌ها برای کالیبراسیون طول موج در ناحیه‌ی فرابنفش، طیف نشری قوس جیوه کم فشار (شکل ۱ را ببینید)، طیف جذبی شیشه هولمیم اکسید<sup>۱</sup> (شکل ۲ را ببینید)، طیف جذبی محلول

---

1- Holmium oxide

هولمیم اکسید (شکل ۳ را ببینید) و بخار بنزن (شکل ۴ را ببینید) می‌باشند. جزئیات پارامترهای دستگاهی در زیر این طیف‌ها، برای بدست آوردن این طیف‌های مرجع استفاده شده‌اند و ممکن است برای سامانه‌ی مورد ارزیابی مناسب نباشند. توصیه می‌شود راهنمایی مربوط به تنظیم پارامترهای بهینه برای طیف‌سنج نوری از فروشنده‌ی دستگاه و یا سایر مراجع مناسب به دست آید.



طول موج, nm	شماره‌ی خط	طول موج, nm	شماره‌ی خط	طول موج, nm	شماره‌ی خط
۵۴۶,۰۷۵	۷	۳۵۶,۰۱۶	۴	۲۵۳,۶۵۱	۱
۵۷۶,۹۶۰	۸	۴۰۴,۶۵۷	۵	۲۹۶,۷۲۵	۲
۵۷۹,۰۶۶	۹	۴۳۵,۸۳۴	۶	۳۱۲,۵۷۰	۳

پهنای باند طیفی: ۰,۰۵ nm

دستگاه: Cary ۵۰۰۰

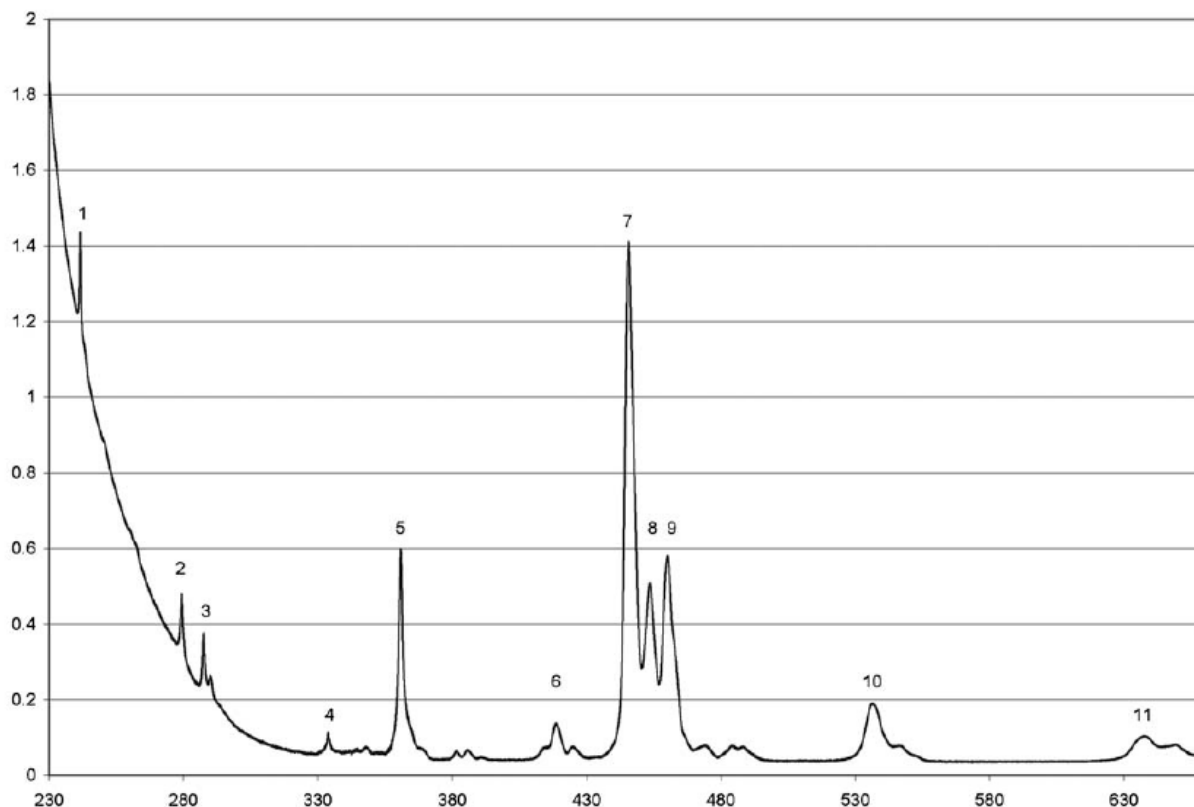
فاصله داده طیفی: ۰,۰۱ nm

سرعت پردازش: ۱,۲ nm/min

### شکل ۱- طیف نشری قوس جیوه در ناحیه ماوراءبنفش و مرئی نشان داده با طول موج مرجع

۲-۸ طیف نشری جیوه با نوردهی به شکاف ورودی تکفام ساز، توسط قوس جیوه‌ی کوارتزی یا توسط قوس جیوه‌ای دارای یک پوشش انتقال، بدست می‌آید (به یادآوری مراجعه کنید). این کار هنگام استفاده از یک منبع قوس که قوس آن روی شکاف ورودی تک فام ساز متمرکز است، ضرورتی ندارد. با این حال نصب لامپ در فاصله‌ای معقول از شکاف ورودی تک فام ساز به منظور کمینه کردن پراکندگی از لبه‌های شکاف دارای مزیت می‌باشد. طول موج‌های مرجع برای طیف‌سنج‌های نوری با آرایه دیودی با قراردادن یک لامپ تخلیه جیوه کم فشار در محفظه‌ی نمونه قابل حصول است. قرار دادن منبع مرجع در محفظه‌ی لامپ برای سامانه‌های دارای عنصر پاشنده (چند فام ساز) واقع در بعد از محفظه‌ی نمونه، لازم نمی‌باشد.

**یادآوری** - بسیاری از قوس‌های جیوه‌ای تجاری قابل دسترس مناسب می‌باشند، قوس‌های جیوه‌ای یا از قبل به صورت نصب شده هستند و یا به عنوان لوازم جانبی توسط تولید کنندگان دستگاه در دسترس می‌باشند. با این حال در تعداد خطوط مشاهده شده و شدت‌های نسبی خطوط به دلیل اختلاف در شرایط عملکردی دارای اختلاف می‌باشند. قوس‌های کم فشار یک خط شدت بالا در ۲۵۳،۶۵ nm دارند و سایر خطوط مفید همان گونه که در شکل ۱ نشان داده شده است، رضایت بخش می‌باشند.



شماره‌ی نوار	طول موج، nm	شماره‌ی نوار	طول موج، nm	شماره‌ی نوار	طول موج، nm	شماره‌ی نوار	طول موج، nm
۱	۲۴۱،۶۴	۴	۳۳۳،۸۶	۷	۴۴۵،۶۷	۱۰	۵۳۶،۲۷
۲	۲۷۹،۳۸	۵	۳۶۰،۹۲	۸	۴۵۳،۶۲	۱۱	۶۳۷،۶۹
۳	۲۸۷،۵۵	۶	۴۱۸،۶۶	۹	۴۶۰،۲۱		

دستگاه: Cary ۵۰۰۰  
 سرعت پردازش: ۰٫۶ nm/min  
 پهنای باند طیفی: ۰٫۱ nm  
 فاصله داده طیفی: ۰٫۰۲ nm

شکل ۲- طیف شیشه هولمیم اکسید نشان داده با طول موج مرجع

۳-۸ طیف جذبی شیشه‌ی هولمیم اکسید (شکل ۲ را ببینید) با اندازه‌گیری عبور و یا جذب یک قطعه شیشه هولمیم اکسید با ضخامت ۲ mm تا ۴ mm به دست می‌آید [۳].

۴-۸ طیف جذبی محلول هولمیم اکسید (شکل ۳ را ببینید) به طور مشابه با اندازه‌گیری محلول تقریبی ۴٪ هولمیم اکسید در پرکلریک اسید ۱/۴ M (۴۰ g/l) در یک سلول<sup>۱</sup> یک سانتی‌متری با هوا به عنوان مرجع

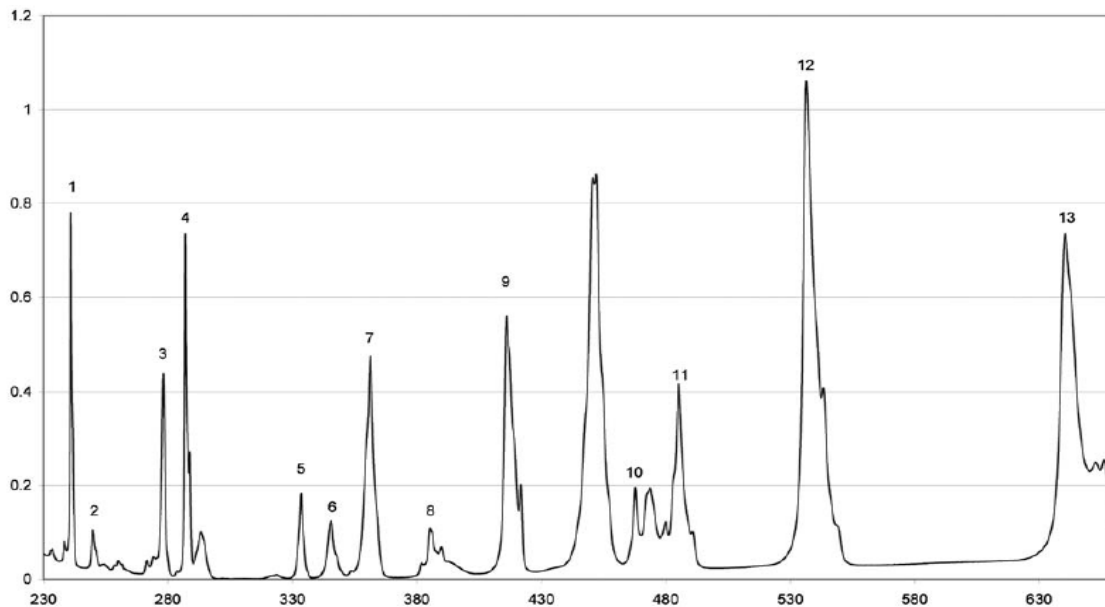
1- Cell

به دست می‌آید. برای این ماده عبور کمینه ۱۸ نوار جذبی با مقایسه بین چندین آزمایشگاه در بالاترین سطح گواهی شده و اختصاص مقدار پیک به عنوان یک استاندارد طول موج ذاتی مجاز می‌باشد.

۵-۸ طیف جذبی بنزن با اندازه‌گیری جذب سلول یک سانتی‌متری پر شده با بخار (شکل ۴ را ببینید) به دست می‌آید. این نمونه با قرار دادن ۱ یا ۲ قطره مایع بنزن در سلول، بیرون ریختن مایع اضافی و قرار دادن در پوش سلول به دست می‌آید. باید برخی مراقبت‌های ویژه‌ای انجام شود تا اطمینان حاصل شود غلظت بخار بنزن تا اندازه‌ای پایین است که تفکیک قوی‌ترین نوارهای جذبی امکان‌پذیر باشد.

یادآوری ۱- در هنگام استفاده از طیف‌های پیچیده برای کالیبراسیون طول موج، همانند طیفی که برای بخار بنزن در ناحیه فرابنفش حاصل می‌شود، همواره کوچک‌ترین پهنای باند طیفی استفاده می‌شود. در پهنای باند بزرگتر از ۰/۵mm به غیر از پیک‌های مهم، همه جزئیات ظریف، از دست خواهند رفت.

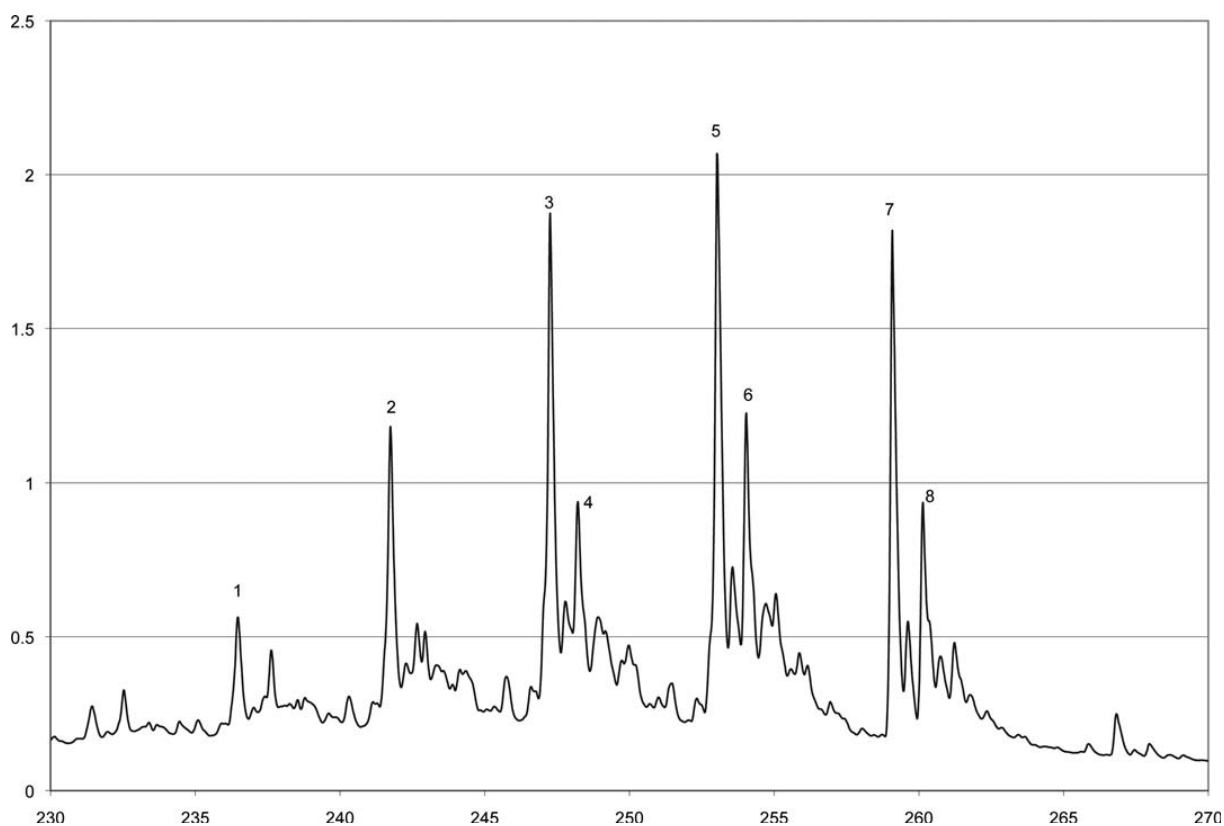
یادآوری ۲- این آزمون برای استفاده‌های معمول، به دلیل امکان به مخاطره افتادن سلامتی به دلیل استفاده از بنزن، توصیه نمی‌شود. در صورت استفاده از این آزمون، توصیه می‌شود سلول به طور ثابت بعد از تنظیم غلظت بخار بنزن اندود شود. سلول‌های گرما ذوب، برای به حداقل رساندن این خطر به صورت تجاری در دسترس می‌باشد.



شماره‌ی نوار	طول موج، nm	شماره‌ی نوار	طول موج، nm	شماره‌ی نوار	طول موج، nm	شماره‌ی نوار	طول موج، nm
۱	۲۴۰٫۹۷	۵	۳۳۳٫۴۸	۹	۴۱۶٫۰۲	۱۳	۶۴۰٫۴۱
۲	۲۴۹٫۷۸	۶	۳۴۵٫۴۶	۱۰	۴۵۰٫۷۸		
۳	۲۷۸٫۱۵	۷	۳۶۱٫۲۷	۱۱	۴۵۲٫۲۰		
۴	۲۸۷٫۰۳	۸	۳۸۵٫۳۶	۱۲	۴۶۷٫۴۲		

دستگاه: Cary ۵۰۰۰  
 سرعت پردازش: ۰/۶ nm/min  
 پهنای باند طیفی: ۰/۱ nm  
 فاصله داده طیفی: ۰/۲ nm

شکل ۳- طیف محلول ۰/۴٪ هولمیم اکسید در ۱/۴ M پرکلریک اسید (سلول ۱/۰۰ cm) نشان داده با طول موج مرجع



شماره‌ی نواری	طول موج، nm	شماره‌ی نواری	طول موج، nm	شماره‌ی نواری	طول موج، nm	شماره‌ی نواری	طول موج، nm
۱	۲۳۶٫۴۷	۵	۲۴۷٫۲۶	۷	۲۵۹٫۰۸	۲	۲۴۱٫۷۴
۲	۲۴۱٫۷۴	۶	۲۴۸٫۲۲	۸	۲۶۰٫۱۴	۳	۲۳۶٫۴۷
۳	۲۳۶٫۴۷	۷	۲۵۹٫۰۸	۴	۲۴۱٫۷۴	۵	۲۴۷٫۲۶
۴	۲۴۱٫۷۴	۸	۲۶۰٫۱۴	۱	۲۳۶٫۴۷	۶	۲۴۸٫۲۲

دستگاه: Cary ۵۰۰۰  
 سرعت پردازش: ۰٫۶ nm/min  
 پهنا‌ی باند طیفی: ۰٫۱ nm  
 فاصله داده طیفی: ۰٫۲ nm

شکل ۴- طیف بخار بنزن نشان داده با طول موج مرجع در ناحیه ماورابنفش

## ۹ طول موج‌های مرجع در ناحیه مرئی

۱-۹ در ناحیه مرئی طیف، طول موج‌های کالیبراسیون از طیف نشری جیوه (شکل ۱ را ببینید)، طیف جذبی شیشه‌ی هولمیم اکسید (شکل ۲ را ببینید)، طیف جذبی محلول هولمیم اکسید در پرکلریک اسید (شکل ۳ را ببینید) و یا طیف جذبی محلول یا شیشه دیدمیم قابل حصول هستند. اگر قوس هیدروژن یا دوتریم در دسترس می‌باشد، به ترتیب خطوط نشری ۶۵۶۳ nm و ۴۸۶۱ nm یا ۶۵۶۱ nm و ۴۸۶۱۰ nm، قابل استفاده هستند.

## ۱۰ روش اجرایی اندازه‌گیری

### ۱-۱۰ روش اجرایی اندازه‌گیری برای طیف‌سنج‌های نوری مبتنی بر تک‌فام ساز

۱-۱-۱۰ دو طول موج کالیبراسیون را انتخاب کنید، به طور ترجیحی طول موج تجزیه‌ای، پیرامون طول موج‌های داده شده همراه طیف مرجع در ناحیه‌ی موردنظر باشد و قرائت هر طول موج را ۱۰ بار مشاهده کنید (به یادآوری مراجعه کنید). از قرائت‌های مشاهده شده برای هر طول موج میانگین‌گیری کنید. درستی طول موج اختلاف بین طول موج واقعی و میانگین قرائت‌های مشاهده شده است.

**یادآوری-** برای بررسی درستی طول موج یک دستگاه غیر ثابت کننده، دستگاه را در مقادیر واقعی جذب بیشینه تراز کرده و سپس طول موج را تنظیم کنید تا بیشینه جذب نمایش داده شده، حصول تنظیم درست خط یا نوار را نشان دهد. توصیه می‌شود خط یا نوار همواره از یک راستا ملاحظه شود.

۱-۱-۲ دقت هر طول موج مشاهده شده را با استفاده از معادله ۱ تعیین کنید.

$$S = \sqrt{\frac{\sum(\lambda_i - \lambda_{aver})^2}{n-1}} \quad (1)$$

که در آن:

$S$  انحراف استاندارد؛

$\lambda_i$  طول موج مشاهده شده؛

$\lambda_{aver}$  میانگین طول موج مشاهده شده؛

$n$  تعداد مشاهدات (در این مورد،  $n=10$ ).

### ۲-۱۰ روش اجرایی اندازه‌گیری برای طیف‌سنج‌های نوری با آرایه‌ی دیودی

۱-۲-۱۰ طیف عبور از محلول هولمیم اکسید یا شیشه یا شیشه‌ی دیدمیم را به دست آورید. موقعیت‌های مربوط به پیک‌های گواهی شده‌ی پیرامون طول موج تجزیه‌ای را استخراج کنید. داده‌های خوانده شده برای هر طول موج را میانگین‌گیری کنید. انحراف طول موج اختلاف بین طول موج واقعی و میانگین داده‌های خوانده شده می‌باشد.

۲-۲-۱۰ دقت را همانند روش بند ۱-۱-۲ ارزیابی کنید.

۳-۱۰ **تعیین درستی و دقت طول موج**، همواره مواد مرجع و طول موج‌های مرجع مورد استفاده را تعیین کنید. ممکن است نتایج به راحتی به ترتیب زیر بیان شوند: ماده مرجع (موقعیت درست پیک) و میانگین طول موج بعلاوه انحراف استاندارد طول موج.



### ۱-۱۱ انتخاب پهنای باند طیفی

۱۱-۱-۲ یکی از مهم‌ترین عوامل تجزیه‌ای که باید تجزیه‌گر انتخاب کند پهنای باند طیفی است (اگر قابل تنظیم باشد). عوامل بسیاری در طراحی دستگاه بر روی انتخاب تاثیرگذار هستند، بنابراین برای یک تجزیه‌گر تعیین پهنای باند بهینه برای تجزیه و دستگاه خاص ضروری است.

۱۱-۱-۳ پهنای باند طیفی بهینه از طریق مشخصه‌های های نمونه و پراکندگی دستگاه مورد استفاده تعیین می‌شود. توصیه می‌شود باریک‌ترین پهنای باند طیفی که یک نسبت علامت به نوفه قابل قبول را نتیجه بدهد، انتخاب شود. در جایی که تفکیک‌پذیری دستگاه بیش از مقدار مناسب است، نسبت علامت به نوفه بیشینه می‌شود. در عمل پهنای باند طیفی به گونه‌ای انتخاب می‌شود که کاهش بیشتر، تغییری در جذب خوانده شده را نشان ندهد.

۱۱-۱-۴ تجزیه‌گر باید اثر پهنای باند بر روی تفکیک‌پذیری را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره، ۱۴۹۰۸: سال ۱۳۹۱، شرح داده شده است، ارزیابی کند.

۱۱-۱-۵ در هر روش آزمون که شامل یک آزمون طیف‌سنجی نوری است، توصیه می‌شود یک طیف نوعی از ترکیبات یا طیفی از یک مخلوط مناسب از ترکیبات ضمیمه شود تا مناسب بودن تفکیک‌پذیری برای انجام تجزیه مشخص شود. این طیف باید کپی مستقیمی از اصل باشد و منحنی‌های دوباره رسم شده نباشند.

### ۱۲ خطی بودن رابطه جذب-غلظت

۱۲-۱ در یک روش طیف‌سنجی نوری داده‌های نورسنجی که یک تجزیه‌گر بدست می‌آورد، جهت اندازه‌گیری غلظت‌ها استفاده می‌شود. برقراری ارتباط بین جذب و غلظت و تعیین گستره‌ی خطی این ارتباط در محاسبات لازم می‌باشد.

۱۲-۲ در بیشتر تجزیه‌ها چنانچه نوار جذب به خوبی انتخاب شود. یک رابطه‌ی خطی بین جذب اندازه‌گیری شده و غلظت وجود خواهد داشت. گستره‌ی کاربرد این ارتباط خطی تا اندازه‌ای توسط عملکرد سامانه‌ی نورسنجی تعیین می‌شود. در تجزیه‌هایی که نوار جذب به خوبی انتخاب نمی‌شود یا حالت ترکیب جاذب با غلظت تغییر می‌کند، حتی در یک دستگاهی که عملکرد نورسنجی آن برای نوار انتخابی مناسب است، ارتباط بین جذب و غلظت ممکن است غیر خطی باشد.

۱۲-۳ اگر غیر خطی بودن ایجاد می‌شود، باید از روش‌های محاسبات همانند روش‌های مذکور مطابق با استاندارد ASTM E 168:2006 استفاده شود. بدیهی است با این حال مقدار انحنا به دستگاه‌های مجزا و تجزیه‌های خاص وابسته می‌باشد و بنابراین نمی‌توان در یک روش مشخص کرد.

### ۱۳ روش اجرایی اندازه‌گیری برای خطی بودن

۱-۱۳ گستره خطی بودن نورسنجی در یک تجزیه‌ی خاص را با آماده کردن یک منحنی کاری تجزیه‌ای تعیین کنید. روش‌های محاسبه در استاندارد ملی ایران شماره، ۱۴۹۰۸: سال ۱۳۹۱ و ASTM E 169:2009 شرح داده شده است.

۲-۱۳ برای هر ترکیب تعیین شونده توسط یک روش طیف سنج نوری، دست کم ۳ نمونه‌ی حاوی این ترکیب را، در غلظت‌هایی که گستره‌ی مورد نظر برای روش را پوشش دهد، تهیه کنید. جذب را در هر طول موج تجزیه‌ای برای هر نمونه اندازه‌گیری کنید. یک مجموعه‌ی اضافی از ۳ نمونه را برای به دست آوردن دو مجموعه داده‌ی مستقل، آماده کنید.

۳-۱۳ نمودار جذب بر روی محور عرض‌ها و غلظت بر روی محور طول‌ها را رسم کنید. گستره‌ای از غلظت‌ها و جذب‌ها که در آن یک خط مستقیم برای نمایش نقاط تجربی در نظر گرفته می‌شود، گستره‌ای است که در آن محاسبات خطی قابل انجام هستند.

یادآوری ۵- نزدیکی مورد نیاز برای انطباق خط مستقیم بر نقاط تجربی را نمی‌توان بدون مراجعه به یک روش تجزیه‌ای خاص مشخص کرد. لازم است داده‌ی بدست آمده بر حسب تاثیر آن بر روی درستی روش ارزیابی شود.

### ۱۴ روش اجرایی اندازه‌گیری برای دقت نورسنجی

۱-۱۴ علاوه بر ارزیابی گستره‌ی خطی بودن منحنی تجزیه‌ای، تجزیه‌گر باید دقت داده‌های نورسنجی را تعیین کند. دقت نورسنجی نشان دهنده‌ی قابلیت سامانه‌ی نورسنجی جهت تولید مجدد همان مقادیر در اندازه‌گیری‌های متوالی می‌باشد. شاخص دقت استفاده شده در این استاندارد انحراف استاندارد می‌باشد.

۲-۱۴ دقت نورسنجی با قراردادن مواد مرجع پایدار مناسب، در قالب سلول یا صافی در طیف‌نورسنج، و به دست آوردن ۱۰ قرائت متوالی از جذب یا عبور اندازه‌گیری می‌شود.

یادآوری ۶- صفحه‌ها را می‌توان فقط به صورت جداگانه در پرتو استفاده کرد. صفحه یا صافی نباید در طی آزمون جابجا شود و مقدار به دست آمده باید تنها به عنوان یک ارزیابی از دقت فرض شود و به عنوان عبور واقعی در نظر گرفته نشود. از آنجایی که دقت اغلب تابعی از بخش مورد آزمون از مقیاس نورسنجی می‌باشد، ارزیابی عملکرد در چند نقطه از کل مقیاس مفید می‌باشد.

۳-۱۴ مقادیر مجزای جذب با عبور ظاهری را در یک جدول بیاورید. میانگین ۱۰ مقدار را به دست آورید. انحراف استاندارد ۱۰ داده‌ی خوانده شده را از رابطه ۲ محاسبه کنید:

$$S = \sqrt{\frac{\sum(A_i - A_{aver})^2}{n-1}} \quad \text{یا} \quad S = \sqrt{\frac{\sum(T_i - T_{aver})^2}{n-1}} \quad (2)$$

که در آن:

$S$  انحراف استاندارد؛

$T_i, A_i$  مقادیر مجزای جذب یا عبور خوانده شده؛

$T_{aver}$ ,  $A_{aver}$  میانگین مقادیر جذب یا عبور خوانده شده؛  
تعداد مشاهدات.  $n$

۴-۱۴ میانگین مقادیر خوانده شده را به اضافه منهای انحراف‌های استاندارد برای دو یا چند مرجع مناسب گزارش کنید. دقت نورسنجی با عبور یا جذب اندازه‌گیری شده تغییر می‌کند و توصیه می‌شود دست کم در هر دو انتهای گستره‌ی اندازه‌گیری انتخاب شده اندازه‌گیری شود.

## ۱۵ درستی نورسنجی

۱-۱۵ در اکثر کاربردهای تجزیه‌ای، درستی نورسنجی یک شاخص مهم برای توان‌مندی روش و توانایی آن برای انتقال از دستگاهی به دستگاهی می‌باشد.

۲-۱۵ درستی نورسنجی با استفاده از یک CRM قابل ردیابی تعیین می‌شود، که مقادیر عبور اختصاص یافته به آن (و بیان عدم قطعیت مربوطه) با ارجاع به یک استاندارد اولیه، از طریق اندازه‌گیری فیزیکی یا مصنوعی توسط سازمان ملی استاندارد با آزمایشگاه‌های مرجع تایید صلاحیت شده ملی و بین‌المللی انجام شده است. توصیه می‌شود تولید و مقدار اختصاص یافته برای این مواد توسط مراکز بین‌المللی تایید صلاحیت شده بر اساس ISO Guide 34 و استاندارد ISO 17025 یا مشابه انجام شود.

۳-۱۵ درستی نورسنجی در ناحیه مرئی را می‌توان با استفاده از صافی‌های شیشه‌ای با چگالی بی اثر<sup>۱</sup> تعیین کرد.

۴-۱۵ درستی نورسنجی در ناحیه ماوراء فرابنفش را می‌توان با استفاده از محلول‌های اسیدی پتاسیم دی‌کرومات تعیین کرد. برای این محلول‌ها می‌توان از پتاسیم دی‌کرومات با خلوص بالای تهیه شده توسط کاربر یا از سلول‌های اندود شده‌ی تجاری استفاده کرد.

۵-۱۵ درستی نورسنجی در ناحیه ماوراء فرابنفش را می‌توان با استفاده از محلول‌های ترکیبات با خلوص بالای آماده شده توسط کاربر تعیین کرد. جذب مولی پتاسیم دی‌کرومات در محلول پرکلریک اسید در ۲۳۵nm، ۲۵۷nm، ۳۱۳nm و ۳۵۰nm منتشر شده است [۷]. داده‌ها برای محلول پرکلریک اسید پتاسیم اسید فتالات در ۲۶۲nm و ۲۷۵٫۵nm در مرجع [۸] ارائه شده است. توصیه می‌شود کاربر قبل از استفاده‌ی محلول‌ها برای ارزیابی درستی، به دقت تاثیر غلظت، دما و pH مواد موجود را بر روی ضریب جذب مطالعه کند.

## ۱۶ اندازه‌گیری درستی نورسنجی

۱-۱۶ CRM مناسب را انتخاب و ۱۰ قرائت متوالی از جذب یا عبور ظاهری را در طول موج مشخص شده به دست آورید. میانگین ۱۰ داده‌ی خوانده شده را محاسبه کنید. درستی نورسنجی اختلاف بین مقدار جذب یا عبور درست و میانگین مقدار مشاهده شده می‌باشد.

۲-۱۶ انحراف استاندارد مقادیر مشاهده شده را از روابط بند ۱۴-۳ محاسبه کنید.

1- Neutral density

۱۶-۳ درستی نورسنجی را به این ترتیب گزارش کنید: ماده مرجع، طول موج، جذب یا عبور درست، جذب یا عبور مشاهده شده بعلاوه منهای انحراف استاندارد.

## ۱۷ سلول‌های جذب

### ۱-۱۷ اهمیت و کاربرد

۱۷-۱-۱ تجزیه‌گر نیاز دارد تعیین کند که سلول‌های جذب فقط به عنوان یک نگه‌دارنده برای نمونه عمل می‌کنند و در مقدار جذب اندازه‌گیری شده نمونه نقشی ندارند.

۱۷-۱-۲ برای کارهای دقیق، به طور معمول بین سلول‌های مختلف اختلاف جزئی وجود دارد، توصیه می‌شود سلول‌ها همواره به یک شکل در نگه‌دارنده قرار داده شوند. نگه‌دارنده به یک شکل در دستگاه قرار بگیرد. باید ثابت شود که تکرارپذیری مکانیکی نمونه در نگه‌دارنده به اندازه‌ای است که موجب ورود یک خطای قابل توجه در روش تجزیه‌ای نمی‌شود. این کار با تکرار اندازه‌گیری دقت نورسنجی همراه با جابجا کردن سلول‌ها بین هر یک از ۱۰ بار اندازه‌گیری قابل انجام است.

۱۷-۱-۳ رایج‌ترین علت برای اختلاف‌های مشخص بین سلول‌های جذب، کثیفی پنجره‌ها است. (برای آزمون تمیزی به بند ۱۸-۲ مراجعه کنید) چنانچه سلول‌ها به طور صحیح آب‌کشی نشوند، یا اگر محلول آب‌کشی باقی‌مانده‌ی تبخیری باقی بگذارد، ممکن است لایه‌ی نازکی روی پنجره تشکیل شود که بخشی از انرژی تابشی را جذب کند. توصیه می‌شود هنگام جابجا کردن سلول‌ها از تماس پنجره‌ها اجتناب شود.

## ۱۸ سلول‌ها برای ناحیه‌های مرئی و فرابنفش

۱۸-۱ متداول‌ترین سلول‌های مورد استفاده در این ناحیه‌ی طیفی، سلول مایع یک سانتی متری با پنجره‌های شیشه‌ای یا سیلیسی می‌باشد. سایر طول مسیرها از ۰٫۰۰۱ cm تا ۱۰ cm به صورت تجاری در دسترس می‌باشند.

یادآوری ۱- هنگام انجام اندازه‌گیری در ناحیه‌ی فرابنفش، در مورد پنجره‌های کوارتز- بلور ممکن است خطاهایی در نتیجه‌ی نشر فلورسانس از پنجره‌های سلول و قطبش وارد شوند.

یادآوری ۲- کیفیت سلول‌های موجود، در رواداری مسیر نور استفاده شده در تولید منعکس شده است. بسته به عبور مورد اندازه‌گیری ممکن است این مقدار قابل توجه باشد. برای مثال یک سلول یک سانتی‌متری با رواداری  $\pm 0.005$  cm، هنگام اندازه‌گیری محلولی با مقدار جذب ۱٫۰، خطایی به میزان  $\pm 0.005$  A را وارد می‌کند.

۱۸-۲ تمیز کردن، جهت آزمون برای تمیزی و اختلاف‌های فاحش در ضخامت یا موازی بودن پنجره‌های نوری، جذب ظاهری سلول را در برابر مرجع هوا به شرح زیر تعیین کنید:

۱۸-۲-۱ سلول را با آب مقطر پر و جذب ظاهری را در برابر هوا، برای سلول‌های کوارتز در ۲۴۰ nm و برای سلول‌های شیشه در ۶۵۰ nm، اندازه‌گیری کنید. با دستگاه‌های ثبت کننده روبش کل ناحیه طیفی مورد نظر

مطلوب می‌باشد. توصیه می‌شود جذب ظاهری برای سلول‌های کوارتزی یک سانتی‌متری از ۰/۰۹۳ و برای سلول‌های شیشه‌ای یک سانتی‌متری از ۰/۰۳۵ بیش‌تر نباشد.

۱۸-۲-۲ سلول را در نگه دارنده‌ی آن چرخانده ( $180^{\circ}C$ ) و جذب ظاهری را مجدد اندازه‌گیری کنید. اختلاف جذب ناشی از چرخاندن سلول‌ها نباید از  $0.003 A$  بیش‌تر باشد.

**یادآوری** - آب مقطر و متانول درجه واکنش‌گر حلال‌های مناسبی برای آبکشی سلول‌ها می‌باشند. اگر سلول‌ها آلوده شوند، آن‌ها را می‌توان با خیساندن در آب و یا شوینده‌ی سولفونیک‌ی ملایم تمیز کرد. اگر هم‌چنان بقایای پاک‌نشده‌ی وجود داشته باشند، استفاده از نیتریک اسید یا هیدروکلریک اسید با قدرت‌های اسیدی در حد اسیدهای در دسترس به صورت تجاری مجاز است، مشروط بر این که جوانب احتیاط در جابجایی‌ها رعایت شود. توصیه می‌شود از محلول‌های قلیایی، شوینده‌های حاوی سفید کننده، پودرهای ساینده، فلوریدها و موادی که ممکن است اثر خورنده به روی پنجره‌های نوری داشته باشند، اجتناب شود. از حمام‌های اولتراسونیک جهت تمیز کردن سلول‌ها استفاده نکنید.

۱۸-۳ **تصحیح سلول**، سلول‌های نمونه و مرجع را با حلال مشخص شده در روش آزمون مورد استفاده پر کنید و جذب سلول نمونه را در هر طول موج تجزیه‌ای تعیین کنید. سلول‌هایی که به طور مناسب انطباق یافته باشند، اختلاف جذبی کمتر از ۰/۰۱ خواهند داشت. جذب اندازه‌گیری شده از سلول نمونه، تصحیحی است که باید از مقدار جذب خوانده شده برای محلول‌های نمونه (در همان حلال و هنگام اندازه‌گیری در همان سلول نمونه و با همان سلول مرجع) کم شود.

۱۸-۴ **طول مسیر**، آگاهی از طول مطلق مسیر نوری از میان نمونه داخل سلول در یک روش تجزیه‌ای لازم نیست، مشروط به آن که در کالیبراسیون دستگاه و در اندازه‌گیری‌های بعدی از سلول‌های یکسان و نمونه‌های استاندارد یکسانی استفاده شود. با این حال هنگام تعیین ضریب جذب، طول مسیر در محاسبات وارد می‌شود و باید معلوم باشد. تعیین صحیح طول مسیر در گستره‌ی یک سانتی متری در بیشتر آزمایشگاه‌ها عملی نمی‌باشد و اقدام متداول خرید یک سلول با طول مسیر معلوم می‌باشد.

## ۱۹ هندسه‌ی نوری طیف‌سنج نوری

۱۹-۱ بحث در مورد پارامترهای اساسی طراحی انواع طیف‌سنج‌های نوری مرئی- ماورابنفش در هدف این استاندارد نیست، اما چندین پارامتر کلیدی وجود دارد که توصیه می‌شود با هر روش داده شده گزارش شوند تا انطباق ارزیابی عملکرد با نوع دستگاه امکان‌پذیر باشد.

۱۹-۱-۱ **هندسه پرتو**، عبارتست از تک پرتوی که تمام اندازه‌گیری‌ها با استفاده از همان پرتو نوری انجام می‌شوند یا دو پرتوی که در آن هم پرتو مرجع و هم پرتو نمونه استفاده می‌شوند.

۱۹-۱-۲ **پرتو دوتایی/شکافته**، که در آن یک پرتو مرجع جبران کننده است، اما آشکار ساز داخل است و به آسانی در دسترس نمی‌باشد.

۱۹-۱-۳ **پراکندگی پیش نمونه یا پس نمونه**، اگر تک فام ساز قبل و یا بعد از نمونه می‌باشد، بررسی کنید.

۱۹-۱-۴ **تک فام ساز تکی یا دوگانه**، در هنگام برقراری گستره‌ی خطی یک سامانه برای روش داده شده اهمیت دارد.

## ۲۰ گزارش آزمون

### ۱-۲۰ فرم گزارش

۱-۲۰ نتایج آزمون برای هر طول موج تجزیه‌ای یک تجزیه، را با استفاده از یک صورت‌بندی گزارش، گزارش کنید. یک مثال از گزارش در شکل ۵ ارائه شده است.

۲-۲۰ نتایج آزمون به وسیله‌ی پدیدآورندگان روش‌ها برای توصیف عملکرد طیف سنج نوری استفاده شده در به دست آوردن نتایج آزمون مشارکتی استفاده می‌شوند. برای این که این توصیف بازگو کننده‌ی کارایی میانگین تحقق یافته توسط آزمایشگاه‌های حاضر در آزمون مشارکتی باشد، باید داوری شود. در صورت قابل توصیه بودن جزئیات اطلاعات، ممکن است این کار در قالب یک جدول مشابه با برگه‌ی گزارش نشان داده شده در شکل ۵ و یا از طریق مقادیر عددی نشان دهنده‌ی گستره‌ی عملکردی مشاهده شده، انجام شود. به طور جایگزین پیشنهاد کمینه یا عملکرد بهتر، بر حسب مهمترین پارامترها می‌باشد.

### ۳-۲۰ مثالی از الزامات دستگاه

۱-۳-۲۰ طیف‌سنج نوری، مجهز به ثبت کننده‌ی خودکار جذب یا عبور محلول‌ها در ناحیه طیفی  $280\text{ nm}$  تا  $320\text{ nm}$  با پهنای باند  $0.5\text{ nm}$  یا کمتر. اندازه‌گیری‌های طول موج هنگام اندازه‌گیری با خط نشری جیوه در  $313.16\text{ nm}$ ، باید تکرارپذیر بوده و درستی آن در حد  $\pm 0.2\text{ nm}$  یا کمتر باشد. در گستره‌ی جذب از  $0.2$  تا  $1.0$ ، اندازه‌گیری‌های جذب باید در حد  $\pm 1\%$  یا کمتر تکرارپذیر باشند و در این گستره اندازه‌گیری‌های ضریب جذب نمونه‌ی استاندارد در پیک جذب  $311\text{ nm}$  نباید بیش از  $2\%$  از مقدار میانگین تفاوت داشته باشد.

یادآوری ۱۰- هنگامی که یک دستگاه بتواند طوری عمل کند که نتایج حاصله با ویژگی الزامی وسیله، مشخص شده توسط کاربر، مطابقت داشته باشد، مناسب فرض می‌شود.

۲-۳-۲۰ سلول‌های کوارتزی، دو تا، با طول مسیر معلوم، در گستره‌ی  $0.005 \pm 0.0001\text{ cm}$ .

### گزارش عملکرد طیف نورسنج نوری

توصیف دستگاه	
سازنده:	
مدل:	
تکی / دو تایی	تکی پرتوی / شکافته / دو پرتوی
پیش / پس نمونه	هندسه پرتو:
تک فام ساز	

درستی نورسنجی	درستی طول موج
مقدار میانگین	مقدار میانگین
+/- انحراف استاندارد	+/- انحراف استاندارد
دقت طول موج نورسنجی	دقت طول موج
مقدار میانگین	مقدار میانگین
+/- انحراف استاندارد	+/- انحراف استاندارد
مواد مرجع	مواد مرجع
(۱)      (۲)      (۳)	(۱)      (۲)      (۳)
مقادیر گواهی شده	مقادیر گواهی شده
تفکیک پذیری:	نور هرز:
مواد مرجع	مواد مرجع
مقدار اندازه گیری شده	مقدار اندازه گیری شده

پارامترهای تجزیه‌ای	نمونه:
طول موج:	طول موج:
گستره خطی (جذب):	گستره خطی (غلظت):
گستره خطی (غلظت):	گستره خطی (غلظت):
عدم قطعیت طول موج مجاز:	پهنای باند طیفی:
پهنای باند طیفی:	طول مسیر سلول:
طول مسیر سلول:	

آزمون شده توسط:	مکان:
تاریخ:	

توضیحات:
----------

شکل ۵- فرم گزارش

## پیوست الف

### (اطلاعاتی)

#### کتابنامه

- [1] American Institute of Physics Handbook, McGraw-Hill Book Co., Inc., New York, NY, 1957.
- [2] Weidner, V. R., Mavrodineanu, R., Mielenz, K. D., Velapoldi, R. A., Eckerle, K. L., and Adams, B., "Holmium Oxide Solution Wavelength Standard From 240 nm to 640 nm – SRM 2034," NBS Special Publication 260-102, 1986.
- [3] Travis, J. C., Acostab, J. C., Andorc, G., Bastied, J., Blattner, P., Chunnillall, C. J., Crossona, S. C., et al., "Intrinsic Wavelength Standard Absorption Bands in Holmium Oxide Solution for UV/visible Molecular Absorption Spectrophotometry," Journal of Physical Chemistry, Reference Data, Vol 34, No. 1, 2005.
- [4] Handbook of Chemistry and Physics, 74th Edition, Chemical Rubber Publishing Co., Cleveland, Ohio, 1993.
- [5] McNeirney, J., and Slavin, W., Applied Optics, APOPA, Vol 1, 1962, p. 365.
- [6] The Identification of Molecular Spectra, Pearse, R.W., and Gaydon, A. G., 2nd Edition, John Wiley & Sons, Inc., 1950.
- [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.
- [8] Burke, R. W., Deardorff, E. R., and Menis, O., "Liquid Absorbance Standards," in "Accuracy in Spectrophotometry and Luminescence Measurements," NBS Special Publication 378, 1972.
- [9] Venable, W. H., Jr., and Eckerle, K. L., "Standard Reference Materials: Didymium Glass Filters for Calibrating the Wavelength Scale of Spectrophotometers—SRM 2009, 2010, 2013, and 2014," NBS Special Publication 260-66, 1979.
- [10] Mavrodineanu, R., and Baldwin, J. R., "Standard Reference Materials: Glass Filter as a Standard Reference Material for Spectrophotometry—Selection, Preparation, Certification, Use SRM 930," NBS Special Publication 260-51, 1975.
- [11] Mavrodineanu, R., and Baldwin, J. R., "Standard Reference Materials: Metal-on-Quartz Filters as a Standard Reference Material for Spectrophotometry—SRM 2031," NBS Special Publication 260-80, 1980.
- [12] Plyler, E. K., Blaine, L. R., and Nowak, M., Journal of Research, National Bureau of Standards, Vol 58, 1957, p. 195.