



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۲۲۳۲۶
چاپ اول

۱۳۹۶

INSO

22326

1st.Edition

2017

Identical with
19590:2017

فناوری نانو - توزیع اندازه و غلظت
نانوذرات معدنی در محیط آبی با
استفاده از طیفسنجی جرمی پلاسمای
جفت شده القایی تک ذره‌ای

**Nanotechnologies -- Size distribution
and concentration of inorganic
nanoparticles in aqueous media via
single particle inductively coupled
plasma mass spectrometry**

ICS:07.120

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.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.org.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 پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهاییکه 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 الکتروتکنیک (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 استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، 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 یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو - توزیع اندازه و غلظت نانوذرات معدنی در محیط آبی با استفاده از طیف سنجی

جرمی پلاسمای جفت شده القایی تک ذره‌ای»

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

رئیس:

عادل، ماندانا

(دکتری مهندسی مواد)

دبیر:

کارشناس دفتر مطالعات تطبیقی و مشارکت در تدوین
استانداردهای بین المللی - سازمان ملی استاندارد ایران

اباذری سیوندی، سمیه

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس آزمایشگاه - سازمان زمین شناسی و اکتشافات معدنی
کشور

ابوالحسنی، الهام

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

عضو هیئت علمی دانشگاه صنعتی شریف

پورجوادی، علی

(دکتری شیمی پلیمر)

اپراتور دستگاه ICP - پژوهشگاه شیمی و مهندسی

دانشیار، حسام

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

مدیر عامل شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

سهرابی بهری، ابوذر

(دکتری نانو فناوری)

کارشناس کمیته استاندارد و ایمنی ستاد نانو

گل زردی، سمیرا

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

مدیر فنی شرکت پرشیا زرآزما

محمدرضایی، مهدی

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

کارشناس آزمایشگاه ICP-MS - مرکز پژوهش‌های کاربردی
سازمان زمین شناسی و اکتشافات معدنی

نجفی اصلی پاشاکی، شبنم

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

ویراستار:

کارشناس استاندارد - بازنشسته سازمان ملی استاندارد ایران

سیفی، مهوش

(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۴	۴ کوتاه‌نوشت‌ها
۴	۵ انطباق
۴	۶ روش اجرایی
۴	۱-۶ اصول کلی
۵	۲-۶ دستگاه‌ها و تجهیزات
۵	۳-۶ مواد مرجع، مواد شیمیایی و واکنشگرها
۵	۱-۳-۶ مواد شیمیایی
۶	۲-۳-۶ مواد مرجع
۶	۳-۳-۶ واکنشگرها
۸	۴-۶ نمونه‌ها
۸	۱-۴-۶ مقدار نمونه
۸	۲-۴-۶ رقیق‌سازی نمونه
۹	۵-۶ تنظیمات دستگاهی و بررسی عملکرد
۹	۱-۵-۶ تنظیمات سامانه ICP-MS
۹	۲-۵-۶ بررسی عملکرد سامانه ICP-MS
۱۰	۶-۶ تعیین بازدهی انتقال
۱۰	۱-۶-۶ تعیین بازدهی انتقال بر اساس فراوانی ذره اندازه‌گیری‌شده
۱۱	۲-۶-۶ تعیین بازدهی انتقال بر اساس اندازه ذره اندازه‌گیری‌شده
۱۲	۷-۶ تعیین خطی بودن پاسخ
۱۲	۸-۶ تعیین سطح شاهد
۱۳	۹-۶ آنالیز تعلیقه آبی

صفحه	عنوان
۱۴	۱۰-۶ تبدیل داده‌ها
۱۵	۷ نتایج
۱۵	۱-۷ محاسبات
۱۵	۱-۱-۷ محاسبه بازدهی انتقال
۱۶	۲-۱-۷ محاسبه پاسخ ICP-MS
۱۶	۳-۱-۷ محاسبه غلظت و اندازه ذره
۱۷	۴-۱-۷ محاسبه حد تشخیص غلظت ذره
۱۸	۵-۱-۷ محاسبه حد تشخیص اندازه ذره
۱۹	۶-۱-۷ محاسبه غلظت یونی
۲۰	۲-۷ معیارهای عملکرد
۲۰	۱-۲-۷ بازدهی انتقال
۲۰	۲-۲-۷ خطی بودن منحنی کالیبراسیون
۲۰	۳-۲-۷ نمونه‌های شاهد
۲۰	۴-۲-۷ تعداد ذرات شناسایی شده
۲۱	۸ گزارش آزمون
۲۲	پیوست الف (آگاهی دهنده) گسترده‌برگ محاسباتی
۲۷	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو - توزیع اندازه و غلظت نانوذرات معدنی در محیط آبی با استفاده از طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی تک‌ذره‌ای» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در پنجاه و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد مورخ ۱۳۹۶/۹/۲۷ 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، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس 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 خواهند 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 / منطقه ای زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی/منطقه ای مزبور است:

ISO19590: 2017, Nanotechnologies- Size distribution and concentration of inorganic nanoparticles in aqueous media via single particle inductively coupled plasma mass spectrometry

مقدمه

این استاندارد در پاسخ به نیاز استفاده از روش‌های مناسب تشخیص و مشخصه‌یابی نانوذرات در غذا و محصولات مصرفی، تدوین شده است. در حال حاضر، محصولات مبتنی بر فناوری نانو یا حاوی نانوذرات مهندسی شده، استفاده می‌شوند و اثرات آن‌ها بر صنایع و بازارهای مرتبط با غذا مشاهده شده است.

در نتیجه، قرارگیری مستقیم و غیرمستقیم مصرف‌کنندگان در معرض نانوذرات مهندسی شده (علاوه بر نانوذرات طبیعی)، امکان‌پذیر است. بنابراین تشخیص نانوذرات مهندسی شده موجود در غذا، در مطالعات سم‌شناسی و مطالعات مواجهه‌ای^۱، به بخشی اساسی از روش اجرایی درک مزیت‌ها و خطرات بالقوه استفاده از این مواد تبدیل شده است.

طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی تک‌ذره‌ای (spICP-MS)، روشی است که قادر به تشخیص نانوذرات منفرد در غلظت‌های بسیار پایین است. نمونه آبی به‌طور مداوم به یک سامانه استاندارد ICP-MS وارد می‌شود که برای دستیابی به داده‌ها با تفکیک‌پذیری زمانی بالا (یعنی زمان ماند کوتاه) تنظیم می‌شوند. پس از مه‌پاشی، کسری از نانوذرات به پلازما وارد می‌شوند که در آن‌جا این ذرات اتمی شده و به اتم‌های منفرد یونیزه^۲ می‌شوند. برای هر ذره اتمی شده، ابری از یون‌ها تشکیل می‌شود. این ابر حاوی یون‌ها به‌وسیله طیف‌سنج جرمی، نمونه‌برداری شده و چون چگالی یون در این ابر بالا است در صورتی که (اگر) تفکیک پذیری زمانی بالایی استفاده شود، تپ^۳ علامت^۴ در مقایسه با علامت پس زمینه (یا خط پایه) بالا خواهد بود. زمان اجرای معمول که «زمان روبش» نامیده می‌شود، بین ۳۰ s تا ۲۰۰ s است. طیف‌سنج جرمی را می‌توان برای اندازه‌گیری هر عنصر خاصی میزان‌سازی^۵ کرد، اما با توجه به تفکیک زمانی بالا، معمولاً فقط یک مقدار m/z در طول یک اجرا (با ابزارهای حاضر) ردیابی می‌شود.

تعداد تپ‌های شناسایی شده در هر ثانیه مستقیماً متناسب با تعداد نانوذرات در تعلیق آبی است که در حال اندازه‌گیری آن هستیم. برای محاسبه غلظت‌ها، باید در ابتدا بازدهی انتقال با استفاده از یک نانوذره مرجع تعیین شود. شدت تپ و سطح تپ مستقیماً با جرم عنصر اندازه‌گیری شده در نانوذره و در نتیجه با قطر نانوذرات به توان سه (با فرض یک هندسه کروی برای نانوذرات) متناسب است. این بدین معنی است که با هر بار افزایش قطر ذره، پاسخ آن، با توان سوم افزایش خواهد یافت و در نتیجه یک اعتباردهی مناسب از پاسخ برای هر محدوده اندازه از هر ترکیب‌بندی نانوذره لازم است. بهتر است کالیبراسیون با استفاده از مواد نانوذره مرجع انجام شود. با این حال، اینگونه مواد اغلب در دسترس نیستند. بنابراین، کالیبراسیون در این روند با استفاده از محلول‌های استاندارد یونی از عنصر اندازه‌گیری شده تحت همان شرایط آنالیزی انجام می‌شود.

-
- 1- Exposure studies
 - 2- Ionized
 - 3- Pulse
 - 4- Signal
 - 5- Tuned

این داده‌ها را می‌توان با نرم‌افزار موجود در بازار پردازش و یا می‌توان آن را در یک برنامه گسترده‌برگ^۱، برای محاسبه تعداد و غلظت جرمی، اندازه (قطر معادل کروی) و توزیع اندازه تعداد نانوذرات متناظر، وارد کرد. علاوه‌براین، غلظت‌های جرمی یون‌های حاضر در نمونه مشابه را می‌توان از همان داده‌ها تعیین کرد. خواننده علاقه‌مند می‌تواند از مراجع [1] تا [4] برای اطلاعات بیشتر بهره‌مند شود.

۱ - هر برنامه‌ای که با داده‌های آماری سر و کار دارد مثل: excel, spss و ...

فناوری نانو- توزیع اندازه و غلظت نانوذرات معدنی در محیط آبی با استفاده از طیفسنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی تک ذره‌ای

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی برای شناسایی نانوذرات در تعلیقه (سوسپانسیون) های آبی^۱ و تشخیص تعداد ذره و غلظت جرم ذره و توزیع اندازه بر اساس تعداد با استفاده از ICP-MS با حالت تفکیک پذیری زمانی برای تعیین جرم نانو ذرات منفرد و غلظت‌های یونی است.

این روش برای تعیین اندازه نانوذرات معدنی (برای مثال فلزها و اکسیدهای فلزی مانند Au, Ag, TiO₂, BVO₄ و غیره)، با محدوده اندازه ۱۰nm تا ۱۰۰nm (و ذرات بزرگتر ۱۰۰۰nm تا ۲۰۰۰nm) در تعلیقه‌های آبی قابل استفاده است. ترکیبات فلزی به‌غیر از اکسیدها (برای مثال سولفیدها و غیره)، چندسازه‌های (کامپوزیت‌های) فلزی یا ذرات پوشش داده شده با یک هسته فلزی را در صورتی که ترکیب شیمیایی و چگالی مشخص داشته باشند، می‌توان تعیین کرد. غلظت‌های تعداد ذره که در تعلیقه‌های آبی قابل تعیین شدن هستند در محدود ۱۰^۶ ذره در لیتر تا ۱۰^۹ ذره در لیتر تقریباً با غلظت‌های جرمی در محدود ۱ ng/l تا ۱۰۰۰ ng/l (برای ذرات ۶۰ nm Au) متناسب هستند. تعداد واقعی آنها به نوع طیف‌سنج جرمی که مورد استفاده قرار گرفته و نوع نانو ذراتی که آنالیز شده، بستگی دارد.

علاوه بر غلظت‌های ذره، غلظت‌های یونی در تعلیقه را نیز می‌توان تعیین کرد. حدود تشخیص با اندازه‌گیری‌های استاندارد ICP-MS قابل قیاس هستند. توجه شود که نانوذرات با اندازه‌های کوچکتر از حد تشخیص اندازه ذره با روش spICP-MS، ممکن است به‌صورت یونی محاسبه شود.

روش پیشنهاد شده در این استاندارد، برای شناسایی و تشخیص نانوذرات کربنی یا آلی مانند پوشینه‌دارها^۲، فولرن‌ها و نانولوله‌های کربنی (CNT) قابل استفاده نیست. به‌علاوه، برای عناصری غیر از کربن و مواردی که با ICP-MS به سختی قابل شناسایی هستند نیز کاربردی ندارد. مرجع شماره [5] مروری بر عناصر قابل شناسایی و دست کم اندازه ذراتی را که با spICP-MS قابل تشخیص هستند، ارائه می‌دهد.

۲ مراجع الزامی

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

1- Aqueous suspensions

2- Encapsulates

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 مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو- واژه‌نامه - قسمت ۱: اصطلاحات اصلی

همچنین ISO و IEC پایگاه داده‌های اصطلاحاتی را به منظور استفاده در استانداردسازی در آدرس‌های زیر محفوظ داشته‌اند:

- الکتروپدیای IEC: قابل دسترسی در آدرس <http://www.electropedia.org/>
- پلت فرم جستجوی برخط ISO: قابل دسترسی در آدرس <http://www.iso.org/obp>

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴ موارد زیر نیز به کار می‌رود.

۱-۳

نانوذره

nanoparticle

نانوشی با هر سه بعد خارجی در مقیاس نانو است.

[منبع: استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵]

۲-۳

تعلیقه آبی

aqueous suspension

تعلیق ذرات که فاز تعلیق‌کننده متشکل از آب است.

۳-۳

طیف‌سنج جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی

inductively coupled plasma mass spectrometry

ICP-MS

نوعی روش تجزیه‌ای است که مشتمل بر سامانه ورود نمونه، منبع پلاسمای جفت‌شده القایی برای یونش آنالیت‌ها، یک میانه^۱ (فصل مشترک) بین پلاسما و خلا و یک طیف سنج جرمی است که این طیف‌سنج جرمی از یک تمرکزدهنده یونی، سامانه جداسازی و آشکارساز تشکیل شده است.

۴-۳

زمان ماند

dwelt time

زمانی که در طی آن آشکارساز ICP-MS، تپ‌ها را گردآوری و جمع می‌کند.

یادآوری - جهت یکپارچگی، تعداد کل شمارش‌ها^۲ در زمان ماند به‌عنوان یک داده ثبت می‌شود و به‌صورت شمارش یا شمارش بر ثانیه (cps) بیان می‌شود.

۵-۳

بازدهی انتقال

بازدهی انتقال ذره

بازدهی مهپاشی^۳

transport efficiency

Particle transport efficiency

nebulization efficiency

نسبت تعداد ذرات یا جرم محلول ورودی به پلاسما به تعداد ذرات یا جرم محلول که وارد مهپاش می‌شوند.

۶-۳

غلظت تعداد ذرات

particle number concentration

تعداد ذرات تقسیم بر حجم یک تعلیق، برای مثال ذرات/لیتر (particles/L) است.

۷-۳

غلظت جرم ذرات

particle mass concentration

جرم کل ذرات تقسیم بر حجم نمونه، برای مثال ng/L است.

1- Interface

2- Counts

3- Nebulization

توزیع اندازه ذرات بر حسب تعداد

number-based particle size distribution

فهرست مقادیری که اندازه نسبی تعداد ذرات موجود را براساس اندازه نشان می‌دهد .

۴ کوتاه‌نوشت‌ها

spICP-MS طیف سنج جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی تک ذره‌ای (برای تعریف ICP-MS به زیربند ۳-۳ مراجعه شود یا به استاندارد ISO/TS 8004-6:2013، زیربند ۲۲-۴ مراجعه شود)

۵ انطباق

این روش به تعلیقه‌های آبی از نانوذرات خالص، محصول استخراج آبی مواد یا محصولات مصرفی، محصول هضم‌شده‌های آبی نمونه‌های بافت یا غذا، نمونه‌های سمی آبی یا نمونه‌های آبی زیست‌محیطی محدود شده است. کاربردی بودن این روش برای چنین نمونه‌هایی باید توسط کاربر مورد ارزیابی قرار گیرد. اطلاعات پیرامون پردازش نمونه‌های غیرآبی را می‌توان در مقاله یافت. نمونه‌های زیست‌محیطی آبی، صاف و رقیق شده است [6] و نمونه‌های سمی و غذایی به‌صورت شیمیایی یا آنزیمی هضم و رقیق شده‌اند [7]، [8]. با این حال برای گزارش تعداد ذره یا غلظت‌های جرمی در تعلیقه‌های آبی به غلظت‌های نمونه اصلی، اطلاعات پیرامون استخراج، بازدهی و اثرات بستره^۲ نیاز است. علاوه بر این، اعتباردهی بیشتری توسط کاربر لازم است.

۶ روش اجرایی

۱-۶ اصول کلی

هنگامی که نانوذرات به سامانه ICP-MS وارد می‌شوند، ناحیه مخروطی شکلی^۳ از یون‌های آنالیت را تولید می‌کنند. این ناحیه مخروطی شکل که با نانوذرات منفرد متناظر هستند، در صورتی که یک تفکیک‌پذیری با زمان بالا به کار گرفته شود می‌توانند به‌صورت یک علامت میخی شکل^۴ در طیف‌سنج جرمی شناسایی شوند. استفاده از زمان‌های ماند کمتر از ۱۰ میلی‌ثانیه و یک رقت مناسب از تعلیقه نانوذره، امکان شناسایی نانوذرات منفرد را فراهم می‌سازد از این رو نام آن «ICP-MS - تک ذره‌ای» است. برای جلوگیری از نقض «قانون تک ذره» اغلب رقیق‌سازی مورد نیاز است (یعنی در یک زمان ماند، بیشتر از یک ذره در آشکارساز وارد نشود).

1- Digests
2- Matrix
3- Plume
4- Signal spike

به‌عنوان مثال، در صورت استفاده از زمان ماند معادل ۳ میلی‌ثانیه، حداکثر ۲۰۰۰۰ ذره در هر دقیقه را می‌توان ثبت نمود. در هر حال، برای برآوردن «قانون تک ذره» تعداد تپ‌ها در زمان روبش نباید بیشتر از ۱۲۰۰ شمارش در هر دقیقه باشد [9]. (به‌عنوان راهنمایی، یک تعلیقه حاوی ذرات طلای ۶۰nm با غلظت جرمی ۲۰۰ng/L که با آهنگ ۰.۵mL/min وارد ICP-MS می‌شود، بازده انتقال ۳٪ را در این تعداد تپ نتیجه خواهد داد).

۲-۶ دستگاه‌ها و تجهیزات

۱-۲-۶ طیف‌سنج جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی، با قابلیت تنظیم زمان ماند برابر ۱۰ms و کمتر از ۱۰ms است

۲-۲-۶ دستگاه همزن تاوه‌ای^۱

۳-۲-۶ ترازوی تجزیه‌ای، با قابلیت تعیین وزن حدود ۱mg است.

۴-۲-۶ حمام فراصوت^۲

۵-۲-۶ ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی استاندارد

۳-۶ مواد مرجع، مواد شیمیایی و واکنشگرها

۱-۳-۶ مواد شیمیایی

۱-۱-۳-۶ سدیم دودسیل سولفات (SDS)؛ $C_{12}H_{25}NaO_4$

۲-۱-۳-۶ سدیم سیترات؛ $C_6H_5Na_3O_7 - 2H_2O$

۳-۱-۳-۶ نیتریک اسید، ۷۰٪

۴-۱-۳-۶ آب خالص‌سازی شده، معمولاً آبی است با مقاومت ویژه بیشتر از ۱۸ MΩ.Cm و نمک‌های محلول کمتر از ۵ μg/L است.

۵-۱-۳-۶ مایع شستشو برای سامانه نمونه‌برداری ICP-MS، که شامل نیتریک اسید ۳٪ است که با رقیق‌سازی ۴۰mL نیتریک اسید غلیظ (به زیربند ۳-۱-۳-۶ مراجعه شود) تا ۷۶۰mL با آب خالص‌سازی شده در ظرف پلاستیکی یک لیتری به‌دست می‌آید.

1- Vortex
2- Ultrasonic

۲-۳-۶ مواد مرجع

۱-۲-۳-۶ برای تعیین بازدهی انتقال، ماده مرجع نانوذره استفاده می‌شود، برای مثال، یک تعلیقه از نانوذرات طلا، با اندازه اسمی ذره ۶۰nm و غلظت جرمی اسمی ۵۰mg/L که در بافر سیترات پایدار شده است مورد استفاده قرار گرفت. به‌عنوان یک گزینه دیگر، یک تعلیقه از نانوذرات نقره با اندازه اسمی ذره ۶۰nm، که در بافر سیترات پایدار شده است، می‌تواند برای موادی که به اندازه کافی همگن و پایدار هستند استفاده شود [10]. از آنجا که مواد مرجع نانوذره فقط برای تعیین بازدهی انتقال استفاده می‌شوند، ضرورتی ندارد که این مواد از نظر ترکیب شیمیایی مشابه نانوذره آنالیت باشند.

۲-۲-۳-۶ برای تعیین اندازه تک عنصر، محلول‌های استاندارد یونی مورد استفاده قرار می‌گیرند؛ به‌عبارتی مواد مرجع تاییدشده و از قبل تعیین‌شده به‌عنوان یک استاندارد اولیه کالیبراسیون به‌منظور تعیین مقدار کمی یک عنصر به‌کار می‌روند.

۳-۳-۶ واکنشگرها

۱-۳-۳-۶ استاندارد مادر یا مرجع نانوذرات طلا با اندازه اسمی ۶۰nm (۵۰µg/L) است. مقدار ۵۰µL از نانوذرات طلا (به زیربند ۱-۲-۳-۶ مراجعه کنید) را با پیپت به ۲۵mL آب خالص سازی‌شده در یک بالن حجم سنجی ۵۰mL منتقل کنید و تا خط نشانه با آب خالص سازی‌شده پر کنید؛ در نتیجه غلظت جرمی نهایی ۵۰ng/L خواهد بود. سپس به‌طور کامل هم‌زده و در یک ظرف شیشه‌ای رنگی^۱ در بسته یا در جای تاریک و در دمای اتاق نگهداری کنید. انتظار می‌رود که این استاندارد حد واسط دست کم تا دو هفته در دمای اتاق پایدار باقی بماند. این پایداری باید کنترل شود. قبل از استفاده، این استاندارد را در یک حمام فراصوت به مدت ۱۰min قرار دهید.

یادآوری - برای تعلیقه‌های استاندارد ذرات با ترکیبات و غلظت‌های متفاوت، محاسبه جدید انجام دهید.

۲-۳-۳-۶ استاندارد کاری نانوذرات طلا با اندازه اسمی ۶۰nm (۵۰µg/L) است، با تخلیه ۵۰µL از استاندارد مادر، به زیربند ۱-۳-۳-۶ مراجعه کنید. توسط پیپت به ۲۵mL آب خالص سازی‌شده در یک بالن حجم‌سنجی ۵۰mL و پر کردن بالن تا خط نشانه با آب خالص سازی‌شده، استاندارد کاری با غلظت جرمی نهایی ۵۰ng/L را تهیه کنید. سپس آن را به‌طور کامل مخلوط کرده و در دمای اتاق در ظرف شیشه‌ای رنگی ذخیره کنید. گرچه این استاندارد چندین روز پایدار باقی می‌ماند، اما روزانه تهیه می‌شود.

1- Amber glass screw

۳-۳-۳-۶ استانداردهای مادر محلول‌های یونی از ترکیب‌بندی عنصری ذرات ($100 \mu\text{g/L}$) به‌دست می‌آید. با فرض اینکه محلول استاندارد یونی تهیه شده (به زیربند ۳-۳-۳-۶-۲ مراجعه شود) دارای غلظت mg/L ۱۰۰ باشد، از این استاندارد را با پیپت به 25 mL آب خالص‌سازی‌شده در یک بالن حجم‌سنجی 50 mL منتقل کرده و آن را تا خط نشانه با آب خالص‌سازی‌شده پر کنید؛ در نتیجه غلظت $100 \mu\text{g/L}$ به‌دست می‌آید. این مایع را به‌طور کامل همزده و این استاندارد حد واسط را در ظرف شیشه‌ای رنگی دردار ذخیره کنید. در صورت محافظت این استاندارد در برابر نور، انتظار می‌رود، در دمای اتاق برای دست کم دو هفته پایداری خود را حفظ کند. این پایداری باید کنترل شود.

یادآوری- برای محلول‌های استاندارد یونی که غلظت‌های مختلفی دارند، محاسبات جدید نیاز است.

۴-۳-۳-۶ استانداردهای کاری محلول‌های یونی از ترکیب‌بندی عنصری آنالیت‌های نانوذره (به‌عنوان نقطه شروع، محدوده $0.2 \mu\text{g/L}$ تا $0.5 \mu\text{g/L}$ می‌توان استفاده کرد) به‌دست می‌آید. طبق جدول شماره ۱، حجم‌های استاندارد مادر (به زیربند ۳-۳-۳-۶-۳ مراجعه کنید) را با پیپت به حدود 25 mL آب خالص‌سازی‌شده در یک بالن حجم‌سنجی 50 mL منتقل کرده و آن را تا خط نشانه با آب خالص‌سازی‌شده پر کنید. سپس کاملاً آن را مخلوط کنید. یک منحنی کالیبراسیون از استانداردهای کاری نتیجه شده، در جدول ۱ ساخته شده است. این استانداردهای کاری را در دمای اتاق در بطری‌های شیشه‌ای ذخیره کنید. این استانداردهای حد واسط در شرایط حفاظت‌شده در برابر نور در دمای اتاق در طول دوره‌های نشان داده شده در جدول ۱، پایدار باقی می‌مانند.

جدول ۱- حجم آماده‌سازی استانداردهای کاری محلول یونی مادر

پایداری استاندارد کاری یونی در ظرف شیشه‌ای	غلظت یونی استاندارد کاری (به زیربند ۳-۳-۳-۶-۴ مراجعه شود) بر حسب $\mu\text{g/L}$	حجم استاندارد مادر (به زیربند ۳-۳-۳-۶-۳ مراجعه شود) رقیق شده تا 50 mL با آب خالص‌سازی شده بر حسب MI
۲ هفته	۵۰	۲/۵
۲ هفته	۲۰	۱/۰
۲ هفته	۱۰	۰/۵۰
۱ هفته	۰/۵	۰/۲۵
۱ هفته	۰/۲	۰/۱۰

۴-۶ نمونه‌ها

۱-۴-۶ مقدار نمونه

کمینه حجم مورد نیاز از نمونه، به دستگاه ICP-MS مورد استفاده بستگی دارد اما معمولاً حجم ۵ میلی لیتر کافی است.

۲-۴-۶ رقیق سازی نمونه

به طور کلی، تعداد تپ‌های شناسایی شده در یک زمان روبش، نباید از حداکثر تعداد تپ‌های زمان ماند بیشتر باشد (به زیربند ۶-۱ مراجعه شود). برای تنظیمات دستگاهی به کار گرفته شده در این فرایند (به زیربند ۶-۵-۱ مراجعه کنید)، غلظت تعداد ذرات در محدوده 2×10^6 ذره بر لیتر تا 2×10^8 ذره بر لیتر، داده‌های اندازه‌گیری مفیدی را نتیجه می‌دهد. جدول شماره ۲ به عنوان راهنمایی، غلظت‌های جرمی متناظر برای انواع و اندازه‌های مختلف ذرات را ارائه می‌کند.

جدول ۲- محدوده غلظت جرمی انواع مختلف نانوذرات در محدوده غلظت تعداد ذرات 2×10^6 ذره بر لیتر تا 2×10^8 ذره بر لیتر

اندازه اسمی ذره (قطر کره هم ارز)			ترکیب ذره
۱۰۰ nm	۶۰ nm	۳۰ nm	
۲۰۰۰ ng/L تا ۲۰ ng/L	۵۰۰ ng/L تا ۵ ng/L	۱۰۰ ng/L تا ۱ ng/L	طلا (Au)
۱۰۰۰ ng/L تا ۱۰ ng/L	۲۰۰ ng/L تا ۲ ng/L	۵۰ ng/L تا ۰٫۵ ng/L	نقره (Ag) سربیم اکسید (CeO_2)
۵۰۰ ng/L تا ۵ ng/L	۱۰۰ ng/L تا ۱ ng/L	۲۰ ng/L تا ۰٫۲ ng/L	تیتانیوم اکسید (TiO_2) آهن اکسید (Fe_2O_3) روی اکسید (ZnO)

اگر هیچ اطلاعاتی پیرامون غلظت نانوذرات در یک نمونه یا تعلیق آبی در دسترس نباشد، رقیق سازی ۱۰۰۰۰ مرتبه‌ای به عنوان نقطه شروع پیشنهاد می‌شود. سپس بر اساس تعداد تپ‌های مشاهده شده در آنالیز نمونه رقیق شده، رقیق سازی‌های دیگر را می‌توان انجام داد. رقیق سازی‌ها در آب خالص سازی شده انجام می‌شود و در صورتی که پایداری مورد نیاز باشد، در ۵ mM سدیم سیترات یا سدیم دودسیل سولفات (SDS) در آب خالص سازی شده رقیق می‌شوند.

۵-۶ تنظیمات دستگاهی و بررسی عملکرد

۱-۵-۶ تنظیمات سامانه ICP-MS

پیکربندی دستگاهی spICP-MS با ICP-MS استاندارد، تفاوتی ندارد. بنابراین تنظیمات دستگاهی بهینه‌ای که توسط سازنده ارائه شده است، مورد استفاده قرار می‌گیرد.

محلول ۳٪ نیتریک اسید برای شستشوی سامانه ورود نمونه، اتصالات و غیره دستگاه ICP-MS قبل از شروع به کار و در حین آن استفاده می‌شود.

در حالت کلی زمان‌های ماند در محدوده ۱ms تا ۱۰ms، با بیشتر سامانه‌های تجاری ICP-MS سازگاری دارند و می‌توانند استفاده شوند؛ با این حال، هرچه زمان ماند کاهش یابد احتمال شناسایی یک تپ نانوذره منفرد از شکاف بین دو پنجره اندازه‌گیری مجاور، افزایش می‌یابد. اگر زمان‌های ماند طولانی‌تر (بیشتر از ۱۰ میلی ثانیه) به کار گرفته شود، تفکیک داده ذرات از داده پس زمینه بسیار دشوارتر خواهد بود و ممکن است بیشتر از یک نانوذره در یک زمان ماند ثابت، توسط آشکارساز ثبت شود. زمان‌های ماند کمتر (کمتر از ۱ میلی ثانیه) نیز ممکن است استفاده شود در این حالت ناحیه مخروطی شکل یونی تولیدشده توسط نانوذرات در پلاسما (معمولاً در فاصله ۰٫۱ms تا ۰٫۳ms) ممکن است به چندین زمان ماند تقسیم شود و نرم‌افزار اختصاصی برای بازسازی و تعیین کمیت تپ ذره مورد نیاز باشد.

در مورد مقادیر کم m/z (جرم به بار)، مانند Ti (۴۸) و Fe (۵۶)، تداخلات یون‌های چند اتمی مانند SO و ArO ممکن است موجب ایجاد افزایش پس زمینه‌ها شده و داده ذرات کوچک را غیرقابل مشاهده سازد. در این مورد، نتایج می‌تواند با پایش^۱ یک تپ متناوب (ثانویه) m/z برای عنصر موردنظر یا با استفاده از یک سل^۲ برخوردی/واکنشی یا سایر فنون برای حذف یون‌های چنداتمی، بهبود یابد. در حالی که در هر دو مورد حساسیت مطلق برای عنصر موردنظر کمتر، و نسبت علامت به نوفه^۳ (که برای تمایز داده نانوذرات از داده پس زمینه مهم است) بیشتر شود.

۲-۵-۶ بررسی عملکرد سامانه ICP-MS

سامانه‌های ICP-MS یک بررسی عملکرد و یک تابع میزان سازی خودکار یا دستی دارند. بررسی عملکرد را انجام دهید. اگر معیارهای بررسی عملکرد مشاهده نشد، برای بهینه سازی دستگاه، یک تنظیم دستگاهی، میزان سازی دستی یا خودکار را اجرا کنید. ممکن است ICP-MS برای بهینه‌سازی پاسخ برای یک مقدار خاص m/z ، میزان سازی شده باشد.

به‌طور ویژه باید توجه شود که سامانه ورودی نمونه ICP-MS تمیز باشد. آنالیز تعلیق‌های نانوذرات با غلظت‌های بالای ذره می‌تواند منجر به آلودگی دستگاه ICP-MS به ویژه در مسیر لوله‌ها شود که سطوح

1- Monitoring
2- Cell
3- Signal-to-noise

پیوسته پس‌زمینه را ایجاد خواهد کرد. از سوی دیگر اگر غلظت‌های بالای انواع دیگر نمونه‌ها از قسمت‌های لوله‌ای دستگاه عبور کند در اثر جذب سطحی در مسیر، هنگام تعیین بازده انتقال و اندازه‌گیری نمونه‌های حقیقی ایجاد خطا خواهد نمود.

در صورت عدم اطمینان، اتصالات سامانه ورودی نمونه را تعویض نمایید. از آنجا که spICP-MS معمولاً از تعلیقه‌های نمونه‌های رقیق شده استفاده می‌کند، مجموعه‌ای از اتصالات ممکن است صرفاً برای این روش اختصاص یابند.

۶-۶ تعیین بازدهی انتقال

از آنجا که فقط بخشی از نمونه ورودی به پلاسما می‌رسد، دانش محاسبه‌ای بازدهی انتقال برای ارزیابی نتایج لازم است. این بازدهی با استفاده از یک نانوذره استاندارد شناخته شده تعیین می‌شود؛ در این روش، نانوذره استاندارد طلای ۶۰ nm است (به زیربند ۶-۶-۱ مراجعه شود). اگر این استاندارد در دسترس نبود، هر تعلیقه نانوذره شناخته شده دیگر را می‌توان استفاده کرد؛ با این حال بعضی از رقت‌ها و غلظت‌ها باید دوباره محاسبه شوند. اگر نانوذرات با ابعاد شناخته‌شده در دسترس باشند اما غلظت آن‌ها مشخص نباشد، یک روش جایگزین می‌تواند استفاده شود (به زیربند ۶-۶-۲ مراجعه شود).

۶-۶-۱ تعیین بازدهی انتقال بر اساس فراوانی ذره اندازه‌گیری شده

غلظت تعداد ذره را در استاندارد کاری (به زیر بند ۶-۳-۳-۲ مراجعه کنید) با استفاده از فرمول ۱ و ۲ محاسبه کنید:

(۱)

$$q_p = \frac{C_p \eta_n V}{60}$$

(۲)

$$C_p = \frac{C_m}{m_p}$$

که در آن:

C_p غلظت تعداد ذره است (ذرات بر لیتر)؛

C_m غلظت جرمی تعلیقه ذره است (g/mL)؛

m_p جرم هر ذره است (g).

جرم نانوذرات طلای ۶۰ nm، 2.2×10^{-15} گرم با غلظت جرمی ۵۰ ng/L است؛ در نتیجه غلظت ذره آن برابر است با: ذرات/L $C_p = 2.3 \times 10^7$.

استاندارد کاری (به زیربند ۳-۳-۳-۶-۲ مراجعه شود) را با استفاده از تنظیمات بر طبق فرایند (به زیربند ۳-۳-۳-۶-۲ مراجعه شود) آنالیز کنید و شار ذره به عبارتی تعداد تپ‌های ذره در هر ثانیه در یک زمان روبش را در پلاسما تعیین کنید.

با استفاده از فرمول ۳ بازدهی انتقال را محاسبه کنید:

(۳)

$$\eta_n = \frac{6 \times 10^4 q_p}{C_p V} \times 100 \%$$

که در آن:

η_n بازدهی انتقال است (/.)؛

q_p شار ذره در پلاسما (ذرات بر ثانیه)؛

C_p غلظت تعداد ذره (ذرات بر لیتر)؛

V آهنگ جریان نمونه (میلی لیتر بر دقیقه)؛

$10^4 \times 6$ ضریب تبدیل از min به s و از mL به L است.

با به کارگیری یک نوع مهپاش استاندارد، انتظار می‌رود η_n در محدوده ۲٪ تا ۵٪ باشد؛ باین حال این روزها مهپاش‌های کارآمدتری در دسترس هستند و ممکن است استفاده شوند.

۲-۳-۳-۶-۲ تعیین بازدهی انتقال بر اساس اندازه ذره اندازه‌گیری شده

اگر استاندارد نانوذره‌ای با اندازه مشخص در دسترس باشد، در صورتی که بازدهی انتقال یک مجموعه از استانداردهای یونی (به جدول ۱ مراجعه شود) مربوط به همان عنصر به صورت نانوذره در همان مجموعه‌ها مورد آنالیز قرار گیرد، می‌توان بازدهی را تعیین کرد. استاندارد کاری تعلیق ذره (به زیربند ۳-۳-۳-۶-۲ مراجعه شود) و استانداردهای کاری محلول‌های یونی (به زیربند ۳-۳-۳-۶-۴ مراجعه شود) را با استفاده از تنظیمات بر طبق فرایند (به زیربند ۳-۳-۳-۶-۱-۵-۶ مراجعه شود) مورد آنالیز قرار دهید. با استفاده از رگرسیون خطی، ضریب همبستگی خط کالیبراسیون را تعیین کنید. ضریب همبستگی باید بزرگتر از ۰/۹۹ باشد. بازدهی انتقال را با استفاده از فرمول ۴ محاسبه کنید:

(۴)

$$\eta_n = \frac{R_{\text{ionic}}}{R_{\text{NP}}} \times 100\%$$

که در آن R_{ionic} پاسخ ICP-MS برای یون‌هاست (cps/ μg) و به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$R_{ionic} = \frac{RF_{ion} \times 6 \times 10^7}{V \times t_d}$$

که در آن:

RF_{ion} ضریب پاسخ ICP-MS برای یون استاندارد است [cps / (μg/L)];

V آهنگ جریان نمونه (mL/min)؛

t_d زمان ماند (ms)؛

6×10^7 ضریب تبدیل از min به ms و از L به mL است.

و R_{NP} پاسخ ICP-MS به نانوذرات (cps/μg) بوده و به صورت زیر محاسبه می شود:

$$R_{NP} = \frac{\bar{I}_{NP}}{m_{NP}}$$

که در آن:

\bar{I}_{NP} متوسط شدت نانوذره منهای شدت پس زمینه اندازه گیری شده برای نانوذرات در تعلیق استاندارد کاری (cps)؛

m_{NP} جرم نانوذره (μg) است.

۶-۷ تعیین خطی بودن پاسخ

استانداردهای کاری محلول های یونی (به زیربند ۴-۳-۳-۶ مراجعه شود) را با استفاده از تنظیمات براساس فرایند (به زیربند ۶-۵-۱ مراجعه شود) مورد آنالیز قرار دهید. ضریب همبستگی خط کالیبراسیون را با استفاده از رگرسیون خطی تعیین کنید. ضریب همبستگی باید بزرگتر یا مساوی با ۰/۹۹ باشد.

۶-۸ تعیین سطح شاهد

اگر حد تشخیص به صورت سه برابر انحراف استاندارد شاهد تعریف شود با استفاده از شمارش آماره ها، می توان نشان داد که تعداد ذرات مشاهده شده در دوره اندازه گیری نباید بیشتر از ۱۰ باشد. سه نمونه شاهد، آب خالص سازی شده یا آب استفاده شده برای رقیق سازی نمونه را با استفاده از تنظیمات بر طبق روش اجرایی (زیربند ۶-۵-۱) آنالیز کنید و تعداد ذرات شناسایی شده در دوره اندازه گیری را تعیین نمایید. تعداد ذرات مشاهده شده در شاهد ها نباید بیشتر از ۱۰ باشد.

۹-۶ آنالیز تعلیقه آبی

دستگاه را برای آنالیز آماده کنید و فهرستی برای تزریق شامل شاهدها، استانداردهای کالیبراسیون یونی و/یا استانداردهای نانوذرات و تعلیقه‌های نمونه، تنظیم کنید. بعد از هر ده نمونه و در پایان توالی نمونه شاهدها، استانداردهای کالیبراسیون یونی و/یا استانداردهای نانوذرات به‌طور متوالی در ابتدا مورد آنالیز قرار می‌گیرند تا عملکرد دستگاه در طی دوره اجرا مورد تایید قرار گیرد. منحنی کالیبراسیون استانداردهای یونی فقط ابتدای توالی و انتهای توالی را شامل می‌شود مگر بیشتر از ۵ سری ۱۰ نمونه‌ای مورد آنالیز قرار گرفته باشند. یک توالی معمولی به عنوان نمونه عبارتست از:

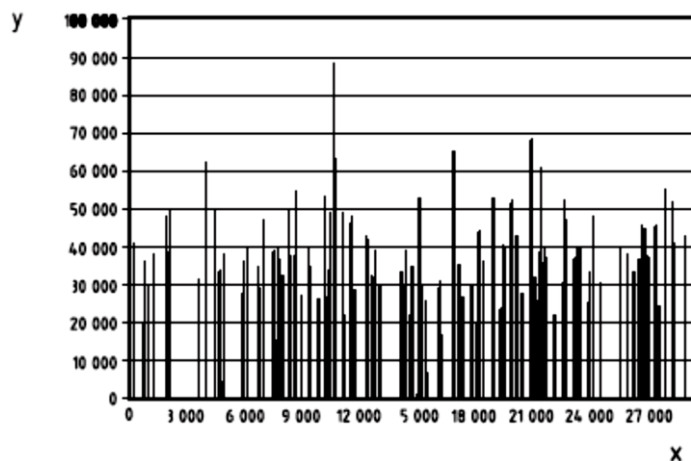
- | | |
|----|--|
| ۱ | آب خالص سازی شده |
| ۲ | استاندارد یونی $0.2 \mu\text{g/L}$ |
| ۳ | استاندارد یونی $0.5 \mu\text{g/L}$ |
| ۴ | استاندارد یونی $1 \mu\text{g/L}$ |
| ۵ | استاندارد یونی $2 \mu\text{g/L}$ |
| ۶ | استاندارد یونی $5 \mu\text{g/L}$ |
| ۷ | آب خالص سازی شده |
| ۸ | استاندارد نانوذره 2×10^7 ذرات بر لیتر (برای ذرات طلائی 60 nm ، معادل 50 ng/L است؛ برای ذرات نقره‌ی 60 nm معادل 25 ng/L است) |
| ۹ | آب خالص سازی شده |
| ۱۰ | نمونه ۱ |
| ۱۱ | نمونه ۲ |
| ۱۲ | نمونه ۳ |
| ۱۳ | نمونه ۴ |
| ۱۴ | نمونه ۵ |
| ۱۵ | نمونه ۶ |
| ۱۶ | نمونه ۷ |
| ۱۷ | نمونه ۸ |
| ۱۸ | نمونه ۹ |

نمونه ۱۰	۱۹
آب خالص سازی شده	۲۰
استاندارد یونی ۲µg/L	۲۱
آب خالص سازی شده	۲۲
استاندارد نانوذرات 2×10^7 ذرات بر لیتر (برای ذرات طلای ۶۰nm ، معادل ۵۰ng/L است؛ برای ذرات نقره‌ی ۶۰nm معادل ۲۵ng/L است)	۲۳
آب خالص سازی شده	۲۴
نمونه ۱۱	۲۵
غیره	۲۶

در صورت عدم اطمینان در مورد کیفیت یا غلظت نمونه‌ها، بعد از هر نمونه آب خالص سازی شده شاهد خوانش می‌شود تا اثرات حافظه یا عملکرد شاهد مورد بررسی قرار گیرد.

۱۰-۶ تبدیل داده‌ها

داده spICP-MS به شکل «رویش زمانی» است، یک علامت شدتی به صورت تابعی از زمان در شکل ۱ نشان داده شده است. در حال حاضر تعداد محدودی از سامانه‌های ICP-MS به نرم افزار اختصاصی مجهز هستند که می‌تواند اندازه و غلظت نانوذره را از داده‌های spICP-MS محاسبه کند. با وجود این، اغلب سامانه‌های ICP-MS توانایی تبدیلی مستقیم داده به برنامه گسترده‌برگ را دارند یا می‌توانند داده خروجی را به صورت یک پرونده CSV درآورند که می‌تواند به عنوان ورودی یک برنامه گسترده‌برگ برای پردازش داده به کار رود.



راهنما:

x زمان / میلی ثانیه

y سیگنال / cps

یادآوری- تعداد تپها به طور مستقیم با غلظت ذرات در تعلیق نمونه، ارتفاع یا مساحت تپ متناظر با جرم ذره و قطر کروی معادل به توان سه متناسب است.

شکل ۱- نمایش زمان روبش تپها برای ذرات منفرد که شناسایی شده‌اند

۷ نتایج

۱-۷ محاسبات

ممکن است یک بسته نرم‌افزاری تجاری جهت انجام خودکار محاسبات در دسترس باشد اگر نبود، محاسبات می‌تواند از طریق وارد کردن داده‌های spICP-MS و اطلاعات مورد نیاز در یک گسترده‌برگ اختصاصی محاسبه شود (به پیوست الف مراجعه کنید). در حالت جایگزین محاسبه اندازه ذره و غلظت‌های مبتنی بر جرم ذره می‌تواند با استفاده از فرمول‌های این بند انجام شود.

یادآوری- یک گسترده‌برگ اختصاصی می‌تواند از اینترنت بارگیری شود [4].

۱-۱-۷ محاسبه بازدهی انتقال

بازدهی انتقال η_n با استفاده از اطلاعات مربوط به استاندارد کاری نانوذره (به زیربند ۶-۳-۳-۲ مراجعه شود) و فرمول‌های ارائه شده در زیربند ۶-۶-۱ محاسبه شده است. در صورتی که استاندارد مناسب نانوذره با غلظت مشخص در دسترس نباشد بازدهی انتقال را می‌توان همان‌طور که در زیربند ۶-۶-۲ توصیف شده است، تعیین کرد.

۲-۱-۷ محاسبه پاسخ ICP-MS

پاسخ ICP-MS از خط کالیبراسیون استاندارد های کاری یونی (زیربند ۶-۳-۳-۴ مراجعه کنید) با استفاده از رگرسیون خطی، محاسبه شده است. پاسخ ICP-MS، شیب تابع کالیبراسیون است که به صورت $(\mu\text{g/L})/\text{cps}$ بیان شده است.

۳-۱-۷ محاسبه غلظت و اندازه ذره

غلظت تعداد ذره در نمونه آبی بر طبق فرمول ۵ محاسبه می شود:

(۵)

$$C_p = \frac{N_p}{\eta_n} \times \frac{1000}{V}$$

که در آن:

C_p غلظت تعداد ذره (L^{-1}) ؛

N_p تعداد ذرات شناسایی شده در زمان روبش (min^{-1}) ؛

η_n بازدهی انتقال؛

V شار جریان ورودی نمونه (mL/min) است.

جرم ذره برای ذرات منفرد در نمونه آبی از فرمول ۶ محاسبه می شود:

(۶)

$$m_p = \frac{I_p \times t_d}{RF_{ion}} \times \frac{V \times \eta_n}{60} \times \frac{M_p}{M_a}$$

که در آن:

m_p جرم ذره (ng) ؛

I_p شدت علامت ذره منهای شدت خط زمینه در نمونه (cps) ؛

RF_{ion} پاسخ ICP-MS برای یون استاندارد $(\mu\text{g/L})\text{cps}$ ؛

t_d زمان ماند (s) ؛

V شار جریان نمونه (mL/min) ؛

η_n بازدهی انتقال؛

M_p جرمی مولی ماده نانوذره،

M_a جرمی مولی آنالیت اندازه‌گیری شده.

برای محاسبه غلظت جرم ذره در نمونه آبی، جرم تمام ذرات تکی در فرمول ۷ جمع می‌شوند:

(۷)

$$C_m = \frac{\sum m_p \times 1000}{\eta_n \times V \times t_a}$$

که در آن:

C_m غلظت جرمی ذره (ng/L)؛

$\sum m_p$ جمع جرم‌های (نانوگرم) ذرات شناسایی شده در طی زمان روبش؛

t_a طول مدت زمان روبش (min)؛

η_n بازدهی انتقال؛

V شار جریان نمونه (mL/min) است.

اندازه ذره که بر اساس قطر ذره بیان شده (و فرض شده که شکل ذره به حالت کروی است) با فرمول ۸ محاسبه می‌شود:

(۸)

$$d_p = \sqrt[3]{\frac{6 M_p}{\pi \rho_p} \times 10^4}$$

که در آن:

d_p قطر ذره در نمونه (nm)؛

m_p جرم ذره (ng)؛

ρ_p چگالی ذره (g/mL) است.

۴-۱-۷ محاسبه حد تشخیص غلظت ذره

حد تشخیص غلظت بر اساس تعداد، از طریق تعداد ذرات در نمونه‌های کنترلی شاهد تعیین و بر اساس فرمول ۹ محاسبه می‌شود:

(۹)

$$LOD_{N_p} = \frac{(\bar{N}_p + 3 \times SD_p) \times 1000}{\eta_n \times V \times t_a}$$

که در آن:

LOD_{NP} حد تشخیص غلظت بر اساس تعداد (ذرات بر لیتر)؛

\bar{N}_P متوسط تعداد تپ‌های ذره مشاهده شده در نمونه‌های کنترلی شاهد؛

SD_P انحراف استاندارد از تعداد تپ‌های ذره مشاهده شده در نمونه‌های کنترلی شاهد؛

η_n بازدهی انتقال؛

V شار جریان نمونه (mL/min)؛

t_a طول مدت زمان روبش (min) است.

حد تشخیص غلظت بر اساس جرم بر طبق فرمول ۱۰ محاسبه می‌شود:

(۱۰)

$$LOD_{MP} = LOD_{NP} \times \bar{m}_P$$

که در آن:

LOD_{MP} حد تشخیص غلظت بر اساس جرم (ng/L)؛

LOD_{NP} حد تشخیص غلظت بر اساس تعداد (ذرات/L)؛

\bar{m}_P جرم متوسط ذره (نانوگرم) است.

در نبود آلودگی نانوذره و اثرات حافظه، حد تشخیص برای یک روش اجرایی شمارش معمولی همچون spICP-MS، ۱۰ تپ در کل زمان جمع آوری داده است.

۷-۱-۵ محاسبه حد تشخیص اندازه ذره

حد تشخیص اندازه، توسط شدت علامت تپی که فقط از پس‌زمینه متمایز است، تعیین می‌شود. برای بررسی مناسب بودن یک شدت مفروض به‌عنوان یک تپ، روشی دیگر می‌تواند استفاده شود که در آن مقدار $3 \cdot SD$ برای همه علامت‌های شدتی (پس‌زمینه و تپ‌ها) در ابتدا محاسبه شده و به مقدار متوسط اضافه می‌شود [2]. تپ‌هایی که مقادیر بزرگتر از این مقدار هستند، مدنظر قرار می‌گیرند چرا که از نانوذرات ناشی شده و در نتیجه حذف می‌شوند. این روش اجرایی با علامت‌های شدتی باقیمانده تکرار می‌شود تا تپ‌های بیشتری نتوانند تفکیک شوند.

(۱۱)

$$I_{n+1} = \bar{I}_n + 3 \times I_{SD}$$

که در آن:

I_{n+1} شدت علامت تپی است که در $n+1$ بار اجرای مکرر، از پس زمینه تفکیک می‌شود؛

\bar{I}_n متوسط شدت علامت داده در n بار تکرار اجرا است؛

I_{SD} انحراف استاندارد از شدت علامت داده در n بار تکرار اجرا است؛

زمانی که تپ‌های بیشتری قابل تفکیک نباشند، یعنی $I_{n+1} = I_n$ ، مقدار I_{n+1} به عنوان I_p در فرمول ۶ وارد می‌شود و حد تشخیص اندازه ذره از فرمول ۱۲ محاسبه می‌شود:

(۱۲)

$$LOD_s = d_p$$

که در آن:

LOD_s حد تشخیص اندازه (nm) است؛

d_p اندازه ذره محاسبه شده طبق فرمول زیر بند ۷-۱-۳ است.

در حالت جایگزین، LOD_s می‌تواند به صورت گرافیکی از یک توزیع فراوانی در گسترده‌برگ نشان داده شده در پیوست الف تعیین شود.

۶-۱-۷ محاسبه غلظت یونی

به‌غیر از محاسبه غلظت و اندازه نانوذره، غلظت یونی در نمونه را می‌توان از علامت خط زمینه پیوسته که توسط یون‌ها تولید شده است تخمین زد. غلظت یونی در نمونه آبی بر اساس فرمول ۱۳ محاسبه شده است:

(۱۳)

$$C_{ion} = \frac{\bar{I}_{ion}}{RF_{ion}}$$

که در آن:

C_{ion} غلظت یونی ($\mu\text{g/L}$) است؛

\bar{I}_{ion} متوسط شدت خط زمینه در نمونه‌ای که شدت پس زمینه نمونه شاهد در آن اصلاح شده است (cps)؛

RF_{ion} پاسخ ICP-MS برای یون استاندارد [$\mu\text{g/L}$] cps است.

در صورتی که نانوذرات کوچک در طی پردازش داده‌ها شناخته نشده و جدا نشوند، می‌تواند بخشی از شدت خط زمینه باشد که به اشتباه به‌عنوان مواد یونی محسوب می‌شوند. اگر میانگین شدت خط زمینه کوچکتر از سه برابر انحراف استاندارد شدت خط زمینه باشد، این گسترده‌برگ یک مقدار حد تشخیص برای غلظت یونی ایجاد می‌نماید.

۲-۷ معیارهای عملکرد

۱-۲-۷ بازدهی انتقال

بازدهی انتقال (به زیربند ۶-۶ مراجعه شود) باید بزرگتر یا مساوی با ۱۰٪ باشد. اگر بازدهی انتقال کمتر از ۱۰٪ باشد، مهپاش، موقعیت قرارگیری آن و جریان گازی که نمونه را از مهپاش به پلازما می‌رساند را بررسی کنید تا بازدهی انتقال افزایش یابد.

۲-۲-۷ خطی بودن منحنی کالیبراسیون

ضریب همبستگی منحنی کالیبراسیون (به زیربند ۶-۷ مراجعه کنید) باید بزرگتر یا مساوی با ۰/۹۹ باشد. در صورتی که ضریب همبستگی کمتر از ۰/۹۹ بود، دستگاه و استانداردهای یونی کاری برای کالیبراسیون (به زیربند ۶-۳-۳-۴ مراجعه کنید) بررسی و کالیبراسیون را تکرار کنید.

۳-۲-۷ نمونه‌های شاهد

تعداد ذرات شناسایی شده در نمونه‌های شاهد (به زیربند ۶-۸ مراجعه کنید) نباید بیشتر از ۱۰ ذره باشد. اگر تعداد ذرات مشاهده شده بیشتر از ۱۰ باشد، دستگاه، به ویژه اتصالات سامانه ورودی نمونه را بررسی کنید. آنالیز شاهد را تکرار کنید.

۴-۲-۷ تعداد ذرات شناسایی شده

برای به‌دست آوردن یک تخمین اولیه از دیگر توزیع اندازه ناشناخته، دست کم ۱۰۰ تپ باید شناسایی شود. بسته به بس‌پراکندگی^۱ این تخمین اولیه، نیاز است تا بیشتر ذرات اندازه‌گیری شوند. راهنمایی‌ها برای تخمین تعداد ذرات موردنیاز در استاندارد ISO 14488 یافت می‌شود. در حالت کلی، حداکثر تعداد ذرات شناسایی شده در زمان روبش استاندارد نانوذره یا محصول استخراج، نباید بیشتر از ۱۰٪ حداکثر تعدادی قابل شناسایی، باشد. اگر این عدد بیشتر باشد نمونه محصول استخراج آبی باید رقیق شده و مجدداً مورد بررسی قرار گیرد.

۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید موارد زیر را مشخص کند:

- تمامی اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛
- مرجعی برای این روش استاندارد (مانند ISO/TS 19590)؛
- روش به کار برده شده برای آماده‌سازی نمونه؛
- نتایج به دست آمده از آزمون؛
- تمام جزئیات عملیاتی که در این روش استاندارد ملی ایران مشخص نشده است یا به صورت اختیاری در نظر گرفته شده است همراه با هرگونه مشاهداتی که ممکن است روی نتیجه (نتایج) آزمون تاثیر گذار باشد؛
- هرگونه ویژگی‌های غیر معمول (ناهنجاری‌ها) مشاهده شده در طی آزمون؛
- تاریخ آزمون.

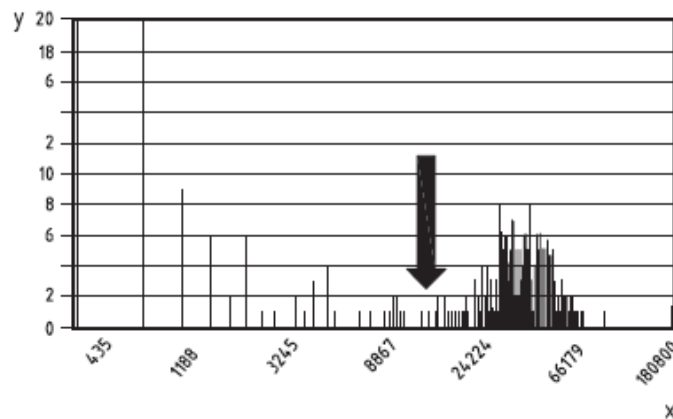
پیوست الف

(آگاهی دهنده)

گسترده‌برگ محاسباتی

الف-۱ کلیات

محاسبات با وارد کردن داده‌های spICP-MS و اطلاعات موردنیاز در یک گسترده‌برگ اختصاصی انجام می‌شوند. این گسترده‌برگ و روش چگونگی استفاده از آن منتشر شده است و می‌توان آن را بارگیری کرد [4]. [11]. اطلاعات spICP-MS به شکل روبش زمانی است (شکل ۱، ارتفاع علامت بر حسب زمان) که بعد از ورود به نرم افزار گسترده‌برگ در آنجا به یک «توزیع علامت» تبدیل می‌شود (شکل الف-۱، فراوانی بر حسب ارتفاع علامت) تا ذرات را از پس‌زمینه متمایز کند (نوفه دستگاه و یون‌ها). پاسخ ICP-MS که ذرات را از پس‌زمینه جدا می‌کند در نمودار به صورت یک کمینه مشاهده می‌شود (شکل الف-۱ را ببینید). این کمینه توسط گسترده‌برگ محاسبه شده است، یا در حالت جایگزین، به صورت چشمی از نمودار توزیع علامت تعیین شده و در گسترده‌برگ به صورت «حد تشخیص ذره» وارد می‌شود.



راهنما:

x علامت/cps

y فراوانی

یادآوری- پاسخ‌های ICP-MS که در سمت چپ کمینه نمودار هستند، متناظر با یون‌ها و سیگنال‌های پس‌زمینه هستند، و آن‌هایی که سمت راست کمینه نمودارند با ذرات مرتبط هستند.

شکل الف-۱ ترسیم نمودار توزیع علامت فراوانی پاسخ‌های ICP-MS در نقاط داده بر حسب پاسخ ICP-MS

گسترده‌برگ محاسباتی متشکل از یک کاربرگ «کالیبراسیون» و یک کاربرگ «نمونه» است. کاربرگ «کالیبراسیون» به اطلاعات زیر نیاز دارد:

□ اطلاعات اجرایی (تاریخ‌ها، اسامی فایل و کاربر)؛

- اطلاعات ICP-MS تبدیل شده از استاندارد کاری نانوذرات (به زیربند ۶-۳-۳-۲ مراجعه شود) به منظور تعیین بازدهی انتقال (برای ثبت این اطلاعات از گزینه «paste special» الحاق کردن خاص» و سپس گزینه «values» مقادیر» استفاده کنید)؛
 - تنظیمات دستگاه (جریان ورودی نمونه و زمان ماند)؛
 - ترکیب استاندارد کاری نانوذرات به منظور تعیین بازدهی انتقال (عنصر، چگالی عنصر، غلظت جرمی ذره، قطر ذره، حد تشخیص ذره)؛
 - پاسخ ICP-MS برای استانداردهای کاری یونی (به زیربند ۶-۳-۳-۴ مراجعه کنید) برای کالیبراسیون (عنصر و پاسخ ICP-MS از رگرسیون خطی)
- کاربرگ «نمونه» به اطلاعات زیر نیاز دارد:
- اطلاعات اجرایی (تاریخ‌ها، اسامی فایل و اپراتور)؛
 - اطلاعات ICP-MS تبدیل شده نمونه (برای ثبت این اطلاعات از گزینه «paste special» الحاق کردن» سپس گزینه «values» مقادیر» استفاده کنید)؛
 - اطلاعات ترکیب در مورد ذره موردنظر (ترکیب ذره، نسبت جرمی مولی و چگالی)؛
 - اطلاعات کالیبراسیون (حد تشخیص ذره، اطلاعات دیگر از کاربرگ «کالیبراسیون» جمع‌آوری می‌شود).

الف-۲ محاسبه بازدهی انتقال

بازدهی انتقال η_n در کاربرگ «کالیبراسیون» با استفاده از اطلاعات ثبت شده در استاندارد کاری نانوذرات (به زیربند ۶-۳-۳-۲ مراجعه شود) و فرمول مربوطه در زیربند ۶-۶-۱ محاسبه می‌شود. در حالت جایگزین، بازدهی انتقال ممکن است با استفاده از روش توضیح داده شده در زیربند ۶-۶-۲ تعیین شود و مستقیماً در کاربرگ «کالیبراسیون» ثبت شود.

الف-۳ محاسبه پاسخ ICP-MS

پاسخ ICP-MS را از خط کالیبراسیون استانداردهای کاری یونی (به زیربند ۶-۳-۳-۴ مراجعه کنید) با استفاده از رگرسیون خطی محاسبه کنید. پاسخ ICP-MS، شیب تابع کالیبراسیون بیان شده بر حسب $\text{cps}/(\mu\text{g/L})$ است و در کاربرگ «کالیبراسیون» ثبت می‌شود.

الف-۴ محاسبه غلظت و اندازه ذرات

پس از ورود داده‌های موردنیاز در کاربرگ‌های «کالیبراسیون» و «نمونه»، غلظت و اندازه ذرات محاسبه می‌شوند و در بخش «نتایج» و نمودار «توزیع اندازه ذره» در کاربرگ «نمونه» ارائه می‌شوند. فرمول ارائه شده در زیربند ۷-۱-۳ برای این محاسبات در گسترده‌برگ استفاده می‌شود. بخش «نتایج» قطر متوسط ذره را ارائه می‌کند، در حالی که قطر ذرات منفرد در نمودار «توزیع اندازه ذره» رسم می‌شوند.

الف-۵ محاسبه غلظت یونی

علاوه بر غلظت و اندازه ذره، غلظت عنصر یونی می‌تواند از روی شدت خط زمینه در زمان روبش در کاربرگ «نمونه» محاسبه شود. فرمول ارائه شده در زیربند ۷-۱-۴ برای محاسبه آن در گسترده‌برگ استفاده می‌شود. اگر میانگین شدت خط زمینه کوچکتر از سه برابر انحراف معیار استاندارد شدت خط زمینه باشد، گسترده‌برگ مقدار حد تشخیص را برای غلظت یونی، به‌دست خواهد آورد.

یادآوری - ذراتی با اندازه ذره کمتر از حد تشخیص اندازه را نمی‌توان از یون‌ها تفکیک کرد.

شکل الف-۲ گسترده برگ محاسباتی - کاربرد کالیبراسیون

تنظیمات دستگاهی و داده‌های کالیبراسیون			پرونده کالیبراسیون	
تنظیمات دستگاهی			شناسنامه	
mL/min	۰٫۵	جریان ورودی نمونه ICPMS	A	تاریخ
ms	۳	زمان ماندگاری ICPM	B	پروژه
تعیین بازده مهپاشی			C	استاندارد ذره
	Au	ترکیب‌بندی عنصری ذره استاندارد	D	پرونده داده
g/mL	۱۹٫۳	چگالی عنصر	E	استاندارد یون
ng/L	۵۰	غلظت جرمی ذره استاندارد	F	پرونده داده
nm	۶۰	قطر ذره استاندارد	G	کاربر
fg	۲٫۱۸			
Cps	۱۵۰۰۰	حد مجاز علامت برای تعیین ذره		
#/min	۲۷۵	تعداد ذرات شناسایی شده		
	۰٫۰۲۴	بازدهی انتقال محاسبه شده		
داده‌های برای تعیین پاسخ				
	Au	ترکیب‌بندی عنصری ذره هدف		
Cps/(μg/L)	۱۰۵۰۰	پاسخ ICPMS به یون استاندارد		
بررسی نتایج				
ذره/L	۲٫۳E+۰۷	غلظت (تعداد ذرات)		
ng/L	۵۰	غلظت (جرم)		
nm	۶۰	اندازه ذره		

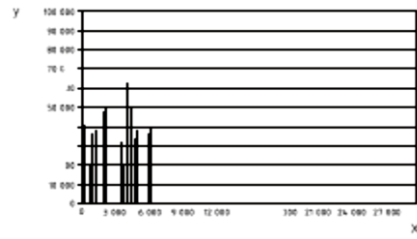
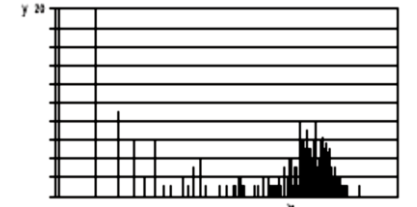
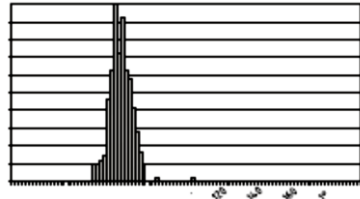
رویش زمان X زمان/ms y علامت/cps

توزیع علامت x علامت/cps y فراونی

اندازه ذره x اندازه ذره/nm y فراوانی بهنجار

شکل الف-۳ گسترده برگ محاسباتی - کاربرد نمونه

تنظیمات دستگاهی و داده‌های کالیبراسیون			پرونده کالیبراسیون	
تنظیمات دستگاهی			شناسنامه	
mL/min	۰/۵	شار ورودی نمونه ICPMS	A	تاریخ
ms	۳	زمان ماندگاری ICPM	B	پروژه
خصوصیات ذره هدف			C	استاندارد ذره
	Au	ترکیب بندی عنصری ذره استاندارد	D	پرونده داده
	۱	جرم مولار ذره/جرم مولار آنالیت	E	استاندارد یون
g/mL	۱۹/۳	چگالی عنصر	F	پرونده داده
داده‌های کالیبراسیون			G	کاربر
	۰/۰۲۴	بازدهی انتقال		
cps/(µg/L)	۱۰۵۰۰	پاسخ ICPMS به یون استاندارد		
Cps	۱۵۰۰۰	حد مجاز علامت برای شناسایی ذره		
	۲۷۵	تعداد ذرات شناسایی شده		
نتایج				
ذره/L	۲,۳E+۰۷	غلظت ذره (بر اساس تعداد)		
ng/L	۵۰	غلظت ذره (بر اساس جرم)		
nm	۶۰	اندازه ذره		
ng/L	کمتر از ۱۰۰	غلظت یونی		

 <p>رویش زمان X زمان / ms y علامت/ cps</p>	
 <p>توزیع علامت X علامت/ cps y فراوانی</p>	
 <p>توزیع اندازه ذره X اندازه ذره/ nm y فراوانی بهنجار</p>	

کتابنامه

- [1] Degueldre, C., Favarger, P.Y., Wold, S. Gold colloid analysis by inductively coupled plasma-massspectrometry in a single particle mode. *Anal. Chim. Acta*, 555, 2006, pp. 263–268
- [2] Pace, H.E., Rogers, N.J., Jarolimek, C., Coleman, V.A., Higgins, C.P. and Ranville, J.F. Determining transport efficiency for the purpose of counting and sizing nanoparticles via single particle inductively coupled plasma mass spectrometry. *Anal. Chem.*, 83, 2011, pp. 9361–9369
- [3] Laborda, F., Bolea, E., Jiménez-Lamana J. Single Particle Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry: A Powerful Tool for Nanoanalysis. *Anal. Chem.*, 86, 2014, pp. 2270-2278
- [4] Peters, R.J.B., Herrera-Rivera, Z., Van der Lee, M., Marvin, H.J.P., Bouwmeester, H., Weigel, S. Single particle ICP-MS combined with a data evaluation tool as a routine technique for the analysis of nanoparticles in complex matrices. *J. Anal. At. Spectrom.*, 30, 2015, pp. 1274-1285
- [5] Lee, S., Bi, X., Reed, R.B., Ranville, J.F., Herckes, P., Westerhoff, P. Nanoparticle Size Detection Limits by Single Particle ICP-MS for 40 Elements. *Environ. Sci. Technol.*, 48, 2014, pp 10291–10300
- [6] Mitrano, D.M., Leshner, K., Bednar, A., Monserud, J., Higgins, C.P. and Ranville, J.F. Detecting nano particulate silver using single-particle inductively coupled plasma–mass spectrometry. *Environ. Toxicol. Chem.*, 31, 2012, pp. 115–121
- [7] Peters, R.J.B. Herrera-Rivera, Z., Van Bommel, G., Marvin, H.J.P., Weigel, S., Bouwmeester, H. Development and validation of single particle ICP-MS for sizing and quantitative determination of nano-silver in chicken meat. *Anal. Bioanal. Chem.*, 406, 2014, pp. 3875-3885
- [8] Peters, R.J.B., Van Bommel, G., Herrera-Rivera, Z., Helsper, H.P.F.G., Marvin, H.J.P., Weigel, S., Tromp, P.C., Oomen, A.G., Rietveld, A.G., Bouwmeester, H. Characterization of titanium dioxide nanoparticles in food products: Analytical methods to define nanoparticles. *J. Agric. Food Chem.*, 2014, 62, 6285–6293
- [9] Laborda, F., Jimenez-Lamana, J., Bolea, E., Castillo J.R. Critical considerations for the determination of nanoparticle number concentrations, size and number size distributions by single particle ICP-MS. *J. Anal. At. Spectrom.*,

- [10] 2013, 28, 1220-1232
- [11] ISO Guide 30 Series: 2015, Reference materials — Selected terms and definitions
- [12] A Single Particle Calculation spreadsheet can be downloaded from <http://www.wageningenur.nl/en/Expertise-Services/Research-Institutes/rikilt/Software-and-downloads.htm>
- [13] ISO/TS 12805, Nanotechnologies— Materials specifications — Guidance on specifying nano-objects
- یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۴۶۴: سال ۱۳۹۲، فناوری نانو - ویژگی های مواد - راهکاری برای تعیین ویژگی های نانو اشیاء، با استفاده از استاندارد ISO 12805:2011 تدوین شده است.
- [14] ISO 14488, Particulate materials — Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties
- یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۴۶۴: سال ۱۳۸۸، مواد ذره ای - نمونه برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص، با استفاده از استاندارد ISO 14488:2007 تدوین شده است.
- [15] ISO 17294-1, Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS) — Part 1: General guidelines
- یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۴۹۴۵: سال ۱۳۹۱، کیفیت آب - کاربرد طیف سنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی - قسمت ۱ - راهنمایی های کلی، با استفاده از استاندارد ISO 17294-1:2004 تدوین شده است.
- [16] ISO 17294-2, Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS)— Part 2: Determination of 62 elements
- یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۴۹۴۵: سال ۱۳۹۲، مواد ذره ای - نمونه برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص، با استفاده از استاندارد ISO 17294-2:2003 تدوین شده است.
- [۱۷] استاندارد ملی ایران شماره ۲-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو - واژه نامه - قسمت ۲: نانو اشیاء
- [18] ISO/TS 80004-6:2013, Nanotechnologies — Vocabulary — Part 6: Nano-object characterization