



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران

۱۰۵۶۰

چاپ اول

۱۴۰۱

INSO

10560

1st Edition

2023

Identical with
ASTM E3171:
2021

فناوری نانو - تعیین مقدار نقره کل در
منسوجات با استفاده از آنالیز ICP-OES یا
ICP-MS - روش آزمون

**Nanotechnology- Determination of total
silver in textiles by ICP-OES or ICP-MS
analysis- Test method**

ICS: 07.120; 27.120.30

استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۵۶۰ (چاپ اول): سال ۱۴۰۱

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: <http://www.inso.gov.ir>

Iran National Standards 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@inso.gov.ir

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

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی 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 مشاروپوش 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 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 اروپوشرفن (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 صدورگواهی 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، کالیبراسیون 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 Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو - تعیین مقدار نقره کل در منسوجات با استفاده از آنالیز ICP-OES یا ICP-MS - روش آزمون»

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

رئیس هیئت مدیره - شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

سهرابی جهرمی، ابوذر

(دکتری نانومواد)

دبیر:

مدیر فنی - آزمایشگاه‌های مرکز پژوهش‌های کاربردی علوم زمین البرز

نجفی اصلی پاشاکی، شبهم

(دکتری شیمی تجزیه)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس - گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

اسلامی پور، الهه

(کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)

سرپرست معاونت - آزمایشگاه‌های مرکز پژوهش‌های کاربردی علوم زمین البرز

برخی، محمد

(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

مدیر تحقیق و توسعه - شرکت آرال تجهیز آزما

صادق حسنی، صدیقه

(دکتری شیمی تجزیه)

مدیرعامل - شرکت راهبران توسعه سبز

منهاج، رابعه

(دکتری سم‌شناسی)

مدیر کل - امور آزمایشگاه‌های سازمان زمین‌شناسی و اکتشافات معدنی کشور

نیلویل، سهیلا

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

عضو هیئت علمی - گروه مهندسی نساجی واحد علوم تحقیقات دانشگاه آزاد اسلامی

ورسه‌ای، مهدی

(دکتری نساجی)

ویراستار:

مشاور گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

سیفی، مهوش

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۴	۳ اصطلاحات و تعاریف
۱۳	۴ خلاصه روش آزمون
۱۴	۵ اهمیت و کاربرد
۱۵	۶ تداخل‌ها
۱۵	۷ دستگاه‌ها
۱۶	۸ واکنشگرها و مواد
۱۷	۹ مخاطرات
۱۸	۱۰ نمونه‌برداری و آزمون‌ها
۱۹	۱۱ کالیبراسیون و استانداردسازی
۲۱	۱۲ روش اجرایی انجام هضم نمونه
۲۲	۱۳ روش اجرایی انجام آنالیز ICP-OES
۲۵	۱۴ روش اجرایی ICP-MS
۲۸	۱۵ محاسبات یا بیان نتایج
۲۸	۱۶ گزارش
۲۹	۱۷ دقت و آریبی
۳۰	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) روش ICP-MS IDA برای تعیین مقدار نقره کل
۴۱	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) روش اجرایی خاکسترسازی خشک
۴۲	پیوست پ (آگاهی‌دهنده) روش اجرایی هضم اسیدی کمک‌شده با میکروویو
۴۳	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- تعیین مقدار نقره کل در منسوجات با استفاده از آنالیز ICP-OES یا ICP-MS- روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده‌است، در یکصد و بیست و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۱/۱۱/۲۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، 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 و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

منبع و مأخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورداستفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM E3171: 2021, Nanotechnology- Determination of total silver in textiles by ICP-OES or ICP-MS analysis- Test method

فناوری نانو- تعیین مقدار نقره کل در منسوجات با استفاده از آنالیز ICP-OES یا ICP-MS- روش آزمون

هشدار- کاربران این استاندارد، بهتر است با فعالیتهای معمول آزمایشگاهی آشنایی داشته باشند. این استاندارد همه موارد ایمنی را پوشش نمی‌دهد. مسئولیت برقراری موارد ایمنی، رعایت اصول بهداشتی و در نظر گرفتن محدودیتهای قانونی، پیش از استفاده از این استاندارد، برعهده کاربر است.

مهم- کاملاً ضروری است که آزمون‌های انجام‌شده طبق این استاندارد، به‌وسیله کارکنان صلاحیت‌دار انجام شود.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش آزمون برای تعیین کسر جرمی نقره کل در محصولات منسوج مصرفی ساخته‌شده از تلفیق‌های الیاف طبیعی یا ساخته‌شده با استفاده از آنالیزهای طیف‌سنجی نشر نوری-پلاسمای جفت‌شده القایی^۱ (ICP-OES) و طیف‌سنجی جرمی-پلاسمای جفت‌شده القایی^۲ (ICP-MS) است. آنالیزهای ICP-OES یا ICP-MS به‌عنوان اولین گام برای آزمون و تعیین کمی نقره در منسوجات توصیه می‌شود و نتایج می‌تواند برای آنالیزهای تفصیلی‌تر بعدی به‌عنوان بخشی از رویکرد لایه‌ای^۳ همانگونه که در راهنمای ASTM E3025 توصیف شده‌است، به‌منظور تعیین اینکه منسوجی حاوی نانومواد نقره است، استفاده شود.

۱-۲ این روش آزمون، هضم اسید را برای آماده‌سازی محلول‌های نمونه موردآزمون از نمونه‌های منسوجات با استفاده از استاندارد داخلی مناسب و به دنبال آن کالیبراسیون خارجی و آنالیز با ICP-OES یا ICP-MS برای تعیین کمی نقره کل پیشنهاد می‌کند.

۱-۳ این روش آزمون به این صورت مشخص شده‌است که نتایج کمی را برای منسوجات ساخته‌شده از الیاف ریون، پنبه، پلی‌استر و لیکرا که حاوی نقره فلزی هستند، ارائه دهد (به بند ۱۷ مراجعه شود). این وظیفه آنالیزگر است که اثربخشی (توانایی دستیابی به نتیجه تجزیه‌ای برنامه‌ریزی‌شده و موردنظر) این روش آزمون را برای سایر بسترهای منسوج و شکل‌های نقره برقرار کند.

۱-۴ یکاها- مقادیر بیان‌شده در دستگاه بین‌المللی SI به‌عنوان استاندارد در نظر گرفته می‌شوند. هیچ یکای اندازه‌گیری دیگری در شمول این استاندارد نیست.

۱-۵ این استاندارد همه ملاحظات ایمنی را (در صورت وجود هرگونه ملاحظات در استفاده از آن) پوشش نمی‌دهد. مسئولیت کاربر استاندارد است که اقدامات ایمنی، بهداشتی و زیست‌محیطی مناسب را رعایت کرده و قابلیت اجرای محدودیتهای نظارتی را پیش از استفاده، تعیین کند.

1 - Inductively coupled plasma-optical emission spectrometry
2 - Inductively coupled plasma-mass spectrometry
3- Tiered approach

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:

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

- 2-2 ASTM D123, Terminology Relating to Textiles
 - 2-3 ASTM D1193, Specification for Reagent Water
 - 2-4 ASTM D4210, Practice for Intralaboratory Quality Control Procedures and a Discussion on Reporting Low-Level Data (Withdrawn 2002)
 - 2-5 ASTM D6413, Test Method for Flame Resistance of Textiles (Vertical Test)
 - 2-6 ASTM D7035, Test Method for Determination of Metals and Metalloids in Airborne Particulate Matter by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICPAES)
 - 2-7 ASTM D7439, Test Method for Determination of Elements in Airborne Particulate Matter by Inductively Coupled Plasma–Mass Spectrometry
 - 2-8 ASTM E288, Specification for Laboratory Glass Volumetric Flasks
 - 2-9 ASTM E691, Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method
 - 2-10 ASTM E694, Specification for Laboratory Glass Volumetric Apparatus
 - 2-11 ASTM E1613, Test Method for Determination of Lead by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES), Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS), or Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS) Techniques
- یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۱۱۲: سال ۱۳۹۵، تعیین سرب به وسیله روش‌های طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES)، طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای (FAAS) یا طیف‌سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی (GFAAS) – روش آزمون، با استفاده از استاندارد ASTM E1613: 2012 تدوین شده است.
- 2-12 ASTM E2456, Terminology Relating to Nanotechnology
 - 2-13 ASTM E3025, Guide for Tiered Approach to Detection and Characterization of Silver Nanomaterials in Textiles

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۸۵۱: سال ۱۳۹۹، فناوری نانو - رهیافت‌های ترتیبی برای آشکارسازی و مشخصه‌یابی نانومواد نقره در منسوجات - راهنما، با استفاده از استاندارد ASTM E3025: 2016 تدوین شده‌است.

2-14 AATCC 135, Dimensional Changes of Fabrics after Home Laundering

2-15 ISO/IEC Guide 99, International vocabulary of metrology— Basic and general concepts and associated terms (VIM)

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۴۷۲۳: سال ۱۳۹۰، واژه‌نامه اندازه‌شناسی - مفاهیم پایه عمومی و اصطلاحات مربوط، با استفاده از استاندارد ISO/IEC Guide 99: 2007 تدوین شده‌است.

2-16 ISO 17034, General requirements for the competence of reference material producers

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۴۵۰: سال ۱۳۹۸، الزامات عمومی برای صلاحیت تولیدکنندگان مواد مرجع، با استفاده از استاندارد ISO 17034: 2016 تدوین شده‌است.

2-17 ISO 22036, Determination of trace elements in extracts of soil by inductively coupled plasma – atomic emission spectrometry (ICP-AES)

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۲۳۵: سال ۱۳۸۸، کیفیت خاک - اندازه‌گیری عناصر با مقادیر کم در حاصل استخراج خاک - روش اسپکترومتری نشر اتمی - پلاسمای جفت‌شده القایی، با استفاده از استاندارد ISO 22036: 2008 تدوین شده‌است.

2-18 ISO 3585, Glass plant, pipelines and fittings – Properties of borosilicate glass

2-19 ISO 10136-1, Glass and glassware – Analysis of extract solutions – Part 1: Determination of silicon dioxide by molecular absorption spectrometry

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۶۵۵-۱: سال ۱۳۸۳، شیشه و شیشه‌آلات - تجزیه محلول‌های استخراجی - قسمت ۱ - اندازه‌گیری دیاکسید سیلیسیم (سیلیس) روش طیف سنجی جذب مولکولی، با استفاده از استاندارد ISO 10136-1: 1993 تدوین شده‌است.

2-20 ISO 15202-3, Workplace air – Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry – Part 3: Analysis

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۵۸۸-۳: سال ۱۳۹۴، هوای محیط کار - تعیین فلزات و شبه فلزات در ذرات معلق هوا با استفاده از روش طیف سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت‌شده القایی - قسمت ۳: تجزیه، با استفاده از استاندارد ISO 15202-3: 2004 تدوین شده‌است.

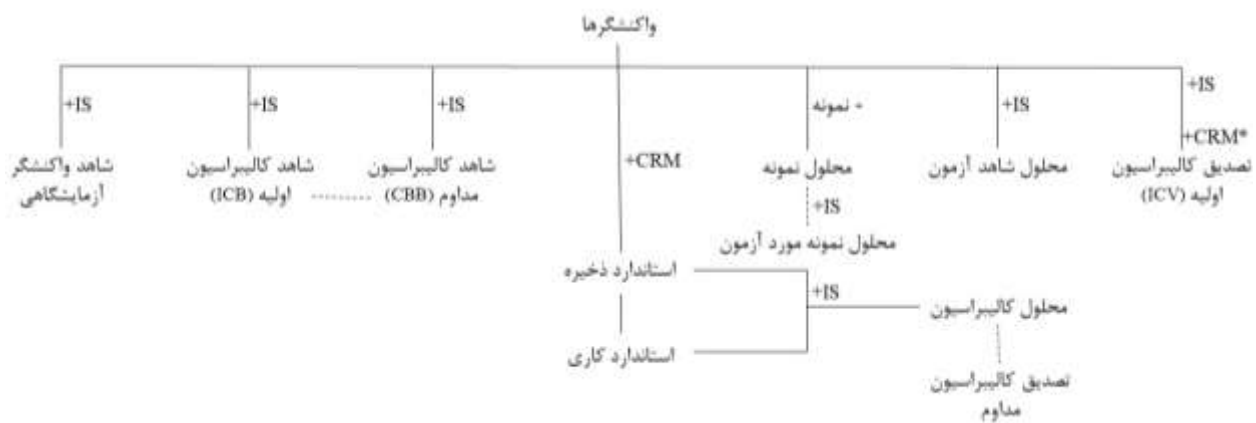
2-21 Method 200.8, Revision 5.4, Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry 16 CFR Parts 1615 and 1616, Standards for the Flammability of Children's Sleepwear

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، تعاریف و اصطلاحات زیر به کار می‌رود:

۱-۳ تعاریف

۱-۱-۳ برای تعاریف بیشتر مربوط به فناوری نانو، به استاندارد ملی ایران-ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴، برای تعاریف بیشتر مربوط به منسوجات، به واژه‌نامه ASTM D123 و ASTM E2456 و برای تعاریف بیشتر مرتبط به اندازه‌گیری، به راهنمای ISO/IEC 99 و برای تعاریف بیشتر مربوط به آنالیزهای ICP-OES و ICP-MS به ترتیب به روش‌های آزمون مندرج در استانداردهای ASTM D7035 و ASTM D7439 مراجعه شود. شکل ۱، انواع محلول‌های مورد استفاده در این استاندارد را نشان می‌دهد:



---- به‌طور فیزیکی می‌تواند همان محلول باشد

CRM = ماده مرجع گواهی شده

IS = استاندارد داخلی

* باید از تولیدکننده‌ای غیر از آن که برای آماده‌سازی استاندارد ذخیره به کار رفته، استفاده شود.

شکل ۱- انواع محلول‌های مورد استفاده در این روش آزمون

۲-۱-۳

سنجیدنی

analyte

عنصر یا جزئی که تعیین می‌شود.

[منبع: ISO 10136-1]

۳-۱-۳

تصحیح پس‌زمینه

background correction

فرایند اصلاح شدت در طول موج آنالیزی یا جرم به بار (m/z) برای شدت وابسته به اصلی‌ترین پس‌زمینه طیفی شاهد است.

[منبع: برگرفته از استاندارد ISO 15202-3]

۴-۱-۳

محلل شاهد آزمون

blank test solution

محلل آماده‌سازی‌شده به همان شیوه محلل نمونه موردآزمون اما با حذف آزمایش است.

[منبع: ISO 22036]

۳-۱-۴-۱- توضیح- محلل شاهد آزمون امکان کمی‌سازی آلودگی واردشده در طول آماده‌سازی محلل نمونه موردآزمون از منابعی مانند واکنشگرها، لوازم آزمایشگاهی و محیط را فراهم می‌کند. محلل شاهد آزمون باید در همان شرایط عملکرد محلل‌های نمونه موردآزمون، آماده و آنالیز شود.

۵-۱-۳

محلل کالیبراسیون

calibration solution

محلل تهیه‌شده با رقیق‌سازی محلل(های) استاندارد ذخیره یا محلل(های) استاندارد کاری، حاوی سنجیدنی(های) موردنظر در غلظت(های) مناسب برای استفاده در کالیبراسیون دستگاه آنالیزی است.

[منبع: ISO 15202-2]

۳-۱-۵-۱- توضیح- تطبیق بستر معمولاً هنگام آماده‌سازی محلل‌های کالیبراسیون استفاده می‌شود.

۶-۱-۳

محصول منسوج مصرفی

consumer textile product

محصول نساجی که به‌منظور برآورده‌کردن خواسته‌ها و نیازهای انسان درنظر گرفته شده‌است.

۳-۱-۶-۱ توضیح - نوعی از پارچه بافته شده یا لباس که ساختارها و مواد مختلف را در بسیاری از شکلها و هدفها برای استفاده نهایی انسان مانند لباس، فرش و پرده تلفیق می کند.

۳-۱-۷

استاندارد تصدیق کالیبراسیون اولیه

initial calibration verification standard (ICV)

محلول (یا مجموعه ای از محلولها) با غلظت سنجیدنی مشخص، مورد استفاده برای تصدیق سطوح استاندارد کالیبراسیون است. در این محلول، غلظت سنجیدنی در نزدیکی محدوده میانی منحنی خطی است که از محلول ذخیره تولیدکننده دیگری یا شناسه بهر^۱ متفاوت با استانداردهای کالیبراسیون ساخته شده است.

۳-۱-۷-۱-۳ توضیح - باید ICV از نظر محتوی اسید عصاره ها یا نمونه های هضم شده مطابق بستر باشد. باید ICV پس از کالیبراسیون و پیش از اندازه گیری هرگونه نمونه هضم شده یا عصاره، اندازه گیری شود و مقدار اندازه گیری شده در $\pm 10\%$ از مقدار شناخته شده قرار گیرد.

[منبع: ASTM E1613]

۳-۱-۸

استاندارد داخلی

internal standard

یک عنصر غیرسنجیدنی، موجود در تمام محلولهای کالیبراسیون، شاهد و نمونه که سیگنال آن برای تصحیح تداخل غیرطیفی یا بهبود دقت آنالیزی استفاده می شود.

[منبع: ISO 15202-3]

۳-۱-۹

شاهد واکنشگر آزمایشگاه

laboratory reagent blank (LRB)

محلولی است که باید شامل تمام واکنشگرها در همان حجمهایی باشد که در فراوری نمونه ها استفاده می شود. این شاهد باید از طریق کل طرحهای آماده سازی شامل هضم و مشابه نمونه ها آماده شود.

[منبع: EPA 200.8]

۳-۱-۹-۱-۳ توضیح- محلول شاهد آزمون و LRB (به زیربند ۳-۱-۴ مراجعه شود) از نظر مواد و عمل‌آوری یکسان هستند اما عملکرد آنها متفاوت است. هدف از LRB محاسبه حد آشکارسازی روش (به زیربند ۳-۱-۳ مراجعه شود) و حد کمی‌سازی روش (به زیربند ۳-۱-۱۴ مراجعه شود) پیش از آماده‌سازی نمونه‌های مورد‌آزمون و محلول‌های شاهد آزمون است.

۳-۱-۹-۲-۳ توضیح- از LRB برای ارزیابی آلودگی ناشی از واکنشگرها و محیط آزمایشگاه و مشخصه‌یابی طیفی پس‌زمینه واکنشگرهای مورد استفاده در آماده‌سازی نمونه، استفاده می‌شود.

۳-۱-۱۰

لیف ساخته‌شده

manufactured fiber

نام طبقه‌ای برای جنس‌های مختلف رشته^۱، فتیله (تانه^۲) یا الیاف کوتاه^۳ تولیدشده از مواد تشکیل‌دهنده لیف که ممکن است شامل بسپارهای سنتزی از ترکیبات شیمیایی، عمل‌آوری یا تبدیل بسپارهای طبیعی و یا شیشه باشد.

[منبع: ASTM D123]

۳-۱-۱۱

تطبیق بستر

matrix matching

روشی است که برای کمینه ساختن اثر بستر محلول آزمون بر نتایج آنالیزی استفاده می‌شود.

[منبع: ISO 15202-3]

۳-۱-۱۱-۱-۳ توضیح- تطبیق بستر شامل آماده‌سازی محلول‌های کالیبراسیون است که در آن غلظت اسیدها و سایر حلال‌ها و حل‌شونده‌های اصلی با موارد موجود در محلول‌های آزمون مطابقت دارد. تطبیق دقیق با بستر نمونه ناشناخته، امکان‌پذیر نیست. در این حالت، اثرات بستر خاص نمونه می‌تواند با استفاده از روش کالیبراسیون افزایش استاندارد کمینه شود که در آن نمونه‌ها با غلظت مشخص سنجیدنی یا با استفاده از استاندارد داخلی مناسب برای جبران تداخل‌های مرکب^۴، اسپایک^۵ می‌شوند.

-
- 1- Filament
 - 2 - Tow
 - 3 - Staple fiber
 - 4- Multiplicative interference
 - 5 - Spike

۱۲-۱-۳

اندازه ده

measurand

کمیتی که در نظر است اندازه گیری شود یا کمیتی که با اندازه گیری تعیین می شود.

[منبع: برگرفته از ISO/IEC Guide 99]

۱۳-۱-۳

حد آشکارسازی روش

method detection limit (MDL)

کمینه غلظت سنجیدنی که مقدار آن بالاتر از صفر است و می تواند با اطمینان % ۹۹ گزارش شود.

[منبع: ASTM D7035]

۱-۱۳-۱-۳ توضیح- حد آشکارسازی روش (MDL) همچنین به عنوان حد آشکارسازی (LOD) شناخته می شود.

۱۴-۱-۳

حد کمی سازی روش

method quantitation limit (MQL)

کمینه غلظت سنجیدنی که می تواند با دقت قابل قبول اندازه گیری شود که معمولاً حداقل ده برابر انحراف معیار میانگین سیگنال شاهد است.

[منبع: ASTM D7035]

۱-۱۴-۱-۳ توضیح- حد کمی سازی روش (MQL) همچنین به عنوان حد کمی سازی شناخته می شود.

۱۵-۱-۳

نانوماده

nanomaterial

ماده ای که هر بعد خارجی آن نانومقیاس است یا ساختار داخلی یا ساختار سطحی آن نانومقیاس است.

[منبع: زیربند ۲-۴، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵]

۱۶-۱-۳

نانومقیاس

nanoscale

گستره اندازه بین تقریباً ۱ nm تا ۱۰۰ nm است.

[منبع: زیربند ۱-۲، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵]

۱-۱۶-۱-۳ توضیح- خواصی که از اندازه‌های بزرگ‌تر، برون‌یابی نمی‌شوند، غالباً، اما نه به‌طور انحصاری، در این گستره اندازه نشان داده نمی‌شوند. برای چنین خواص محدودیت اندازه تقریبی در نظر گرفته می‌شود.

۲-۱۶-۱-۳ توضیح- حد پایین در این تعریف (تقریباً ۱ nm) برای جلوگیری از اینکه گروه‌های تک و کوچک اتم‌ها از گونه‌های طراحی‌شده که ممکن است با نبود حد پایین، به‌عنوان نانواشیاء یا عناصر نانوساختار در نظر گرفته شوند، معرفی شده‌است.

۱۷-۱-۳

لیف طبیعی

natural fiber

نام طبقه‌ای برای جنس‌های مختلف الیاف (از جمله رشته‌ها) که شامل منشأ حیوانی، معدنی و یا گیاهی است.

[منبع: استاندارد ASTM D123]

۱۸-۱-۳

محلول نمونه

sample solution

محلول آماده‌شده از نمونه از طریق فرایند انحلال نمونه است.

[منبع: ISO 15202-3]

۱-۱۸-۱-۳ توضیح- محلول نمونه ممکن است برای تولید یک محلول آزمون آماده برای آنالیز، نیاز به قرار گرفتن در معرض عملیات بیشتر، برای مثال، رقیق‌سازی یا افزودن یک استاندارد داخلی یا هر دو را داشته باشد.

۱۹-۱-۳

تداخل طیفی

spectral interference

تداخل ناشی از نشر گونه‌های غیر از سنجیدنی موردنظر است.

[منبع: ISO 15202-3]

۲۰-۱-۳

محلول استاندارد ذخیره

stock standard solution

محلول استفاده‌شده برای آماده‌سازی محلول‌های استاندارد کاری یا محلول‌های کالیبراسیون یا هر دو، حاوی سنجیدنی(های) موردنظر، در غلظت(های) گواهی‌شده قابل‌ردیابی به استانداردهای اولیه از تولیدکنندگان «مواد مرجع گواهی‌شده» شناخته‌شده بین‌المللی (به‌عنوان مثال، سازمان ملی استاندارد ایران یا سایر مؤسسات ملی اندازه‌شناسی) است.

[منبع: برگرفته از ISO 15202-3]

۲۱-۱-۳

محلول نمونه موردآزمون

test sample solution

محلول نمونه‌ای که کلیه عملیات موردنیاز روی آن انجام می‌شود تا به حالتی برسد که آماده برای آنالیز باشد.

[منبع: برگرفته از ISO 15202-3]

۱-۲۱-۱-۳ توضیح - «آماده برای آنالیز» شامل رقیق‌سازی یا افزودن استاندارد داخلی یا هر دو است.

۲-۲۱-۱-۳ توضیح - اگر محلول‌های نمونه پیش از آنالیز تحت هیچ عملیات دیگری قرار نگیرند، محلول نمونه موردآزمون، همان محلول نمونه است.

۲۲-۱-۳

منسوج

textile

اصطلاح کلی برای الیاف، محصول‌های میانی نخ^۱، نخ‌ها، پارچه‌ها و محصولاتتی که همه خصوصیات استحکام، انعطاف‌پذیری و دیگر خواص معمول الیاف یا رشته‌های اصلی را حفظ می‌کند.

[منبع: استاندارد ASTM D123]

۳-۱-۳

محلول استاندارد کاری

working standard solution

محلول آماده‌سازی‌شده از رقیق‌سازی محلول(های) استاندارد ذخیره که حاوی سنجیدنی(های) موردنظر در غلظتی(هایی) که نسبت به غلظت(های) سنجیدنی(ها) در محلول(های) استاندارد ذخیره برای آماده‌سازی محلول‌های کالیبراسیون مناسب‌تر است.

[منبع: ISO 15202-3]

۳-۲ تعریف اصطلاحات خاص برای این استاندارد

۳-۲-۱

شاهد کالیبراسیون مداوم

continuing calibration blank (CCB)

محلول کالیبراسیون آماده‌سازی‌شده بدون افزودن هیچ محلول استاندارد ذخیره یا محلول استاندارد کاری (برگرفته از استاندارد ISO 15202-3) که برای تصدیق پاسخ شاهد و رهایی از همراه‌بری^۲ نقره استفاده می‌شود. شاهد کالیبراسیون مداوم و شاهد کالیبراسیون اولیه ممکن است از نظر فیزیکی همان محلول شاهد باشند، اما به‌طور جداگانه برای نشان دادن موقعیت آنها در توالی آنالیزی شناخته می‌شوند.

[منبع: برگرفته از استاندارد ASTM E1613]

۳-۲-۱-۱ توضیح- باید CCB از نظر محتوی اسید عصاره‌های نمونه و هضم‌شده‌ها مطابق بستر باشد.

۳-۲-۱-۲ توضیح- غلظت اندازه‌گیری‌شده نقره در CCB (بیشتر اوقات) کمتر از حد کمی‌سازی روش است.

۳-۲-۲

تصدیق کالیبراسیون مداوم

1- Yarn intermediates

2 - Carryover

continuing calibration verification (CCV)

محلول (یا مجموعه‌ای از محلول‌ها) با غلظت سنجیدنی مشخص که برای تصدیق رهایی از رانش^۱ بیش از حد دستگاهی، استفاده می‌شود. غلظت سنجیدنی در نزدیکی گستره میانی منحنی کالیبراسیون، خطی است و می‌تواند یکی از محلول‌های کالیبراسیون واقعی باشد.

[منبع: برگرفته از استاندارد ASTM E1613]

۳-۲-۲-۱ توضیح- باید CCV از نظر محتوی اسید موجود در هضم‌شده‌ها یا عصاره‌های نمونه، مطابق بستر باشد. باید CCV پیش و پس از همه نمونه‌ها و در تناوب کمتر از هر ده نمونه مورد آنالیز قرار گیرد. مقدار اندازه‌گیری شده باید در $\pm 10\%$ از مقدار شناخته‌شده قرار گیرد.

۳-۲-۳

شاهد کالیبراسیون اولیه

initial calibration blank (ICB)

محلول کالیبراسیون است که بدون افزودن هیچ محلول استاندارد ذخیره یا محلول استاندارد کاری (برگرفته از ISO 15202-3) آماده‌سازی شده و برای تایید پاسخ شاهد و رهایی از همراه‌بری نقره استفاده می‌شود. شاهد کالیبراسیون اولیه و شاهد کالیبراسیون مداوم ممکن است از نظر فیزیکی همان محلول شاهد باشند اما به‌طور جداگانه برای نشان دادن موقعیت آنها در توالی آنالیزی شناخته می‌شوند.

[منبع: برگرفته از استاندارد ASTM E1613]

۳-۲-۳-۱ توضیح- باید ICB از نظر محتوی اسید عصاره‌های نمونه و هضم‌شده مطابق بستر باشد. باید ICB در طول و پس از کالیبراسیون اندازه‌گیری شود.

۴-۲-۳

کسر جرمی

mass fraction

جرم نقره کل اندازه‌گیری شده بهنجار شده (نرمال شده) در یک منسوج به جرم منسوج مورد آنالیز است.

۵-۲-۳

اندازه‌گیری کیفی

qualitative measurement

1- Drift

نتیجه‌ای که عدم قطعیت نسبی برای آن بزرگ است یا نمی‌توان آن را به‌طور مناسب برای اندازه‌دهی تعریف کرد.

۶-۲-۳

اندازه‌گیری کمی

quantitative measurement

نتیجه‌ای که برای آن دانش منابع خطا که به عدم قطعیت نسبی اندازه‌دهی منجر می‌شود، وجود دارد.

۷-۲-۳

نقره کل

total silver

جرم عنصری با عدد اتمی ۴۷ (ایزوتوپ‌ها، یون‌ها، فلزی یا ظرفیت صفر (Ag^0))، آلیاژها، اکسید یا ترکیبات نمکی یا تلفیقی از آن) در یک محصول منسوج مصرفی است.

۴ خلاصه روش آزمون

۱-۴ این روش آزمون از هضم اسیدی نمونه منسوج، افزودن یک استاندارد داخلی مناسب، آنالیز با ICP-OES یا ICP-MS و کمی‌سازی با کالیبراسیون خارجی برای تعیین نقره کل استفاده می‌کند. کسر جرمی نقره در هر نمونه منسوج با به‌هنجارسازی جرم نقره کل اندازه‌گیری‌شده پس‌زمینه اصلاح‌شده به جرم کل نمونه منسوج خشک محاسبه می‌شود. نتایج در یک‌گای استفاده‌شده در دستگاه بین‌المللی یکاها SI به‌صورت کیلوگرم نقره بر کیلوگرم منسوج گزارش می‌شوند، اگرچه یک‌گای دیگر (به‌عنوان مثال، میلی‌گرم نقره بر کیلوگرم منسوج) نیز متداول هستند.

یادآوری ۱- اگر شاهدهی وجود داشته باشد که رسوب (به‌عنوان مثال، نقره کلرید یا سولفات) پس از روش‌اجرایی هضم پیشنهادشده هنوز وجود داشته باشد که قابل حل شدن مجدد نیست، آزمونگر ممکن است از آنالیز رقیق‌سازی ایزوتوپی (IDA) با ICP-MS برای اندازه‌گیری کسر جرمی نقره کل استفاده کند.

یادآوری ۲- روش IDA مفید است زیرا ایزوتوپ غنی‌شده از سنجیدنی به‌عنوان یک استاندارد داخلی استفاده می‌شود. پس از افزودن ایزوتوپ غنی‌شده سنجیدنی به ایزوتوپ‌های نمونه طبیعی و حل شدن کامل نمونه، نسبت آنها نماینده غلظت سنجیدنی می‌شود. هدررفت بعدی سنجیدنی (یعنی رسوب‌دهی)، تعیین غلظت را دچار اربیی نخواهد کرد.

یادآوری ۳- روش IDA یک روش اولیه محسوب می‌شود (به مرجع [1] کتاب‌نامه مراجعه شود)؛ با این حال، در حال حاضر برای تعیین نقره در منسوجات، داده‌های کمی در استفاده از IDA وجود دارد (به مرجع [2] کتاب‌نامه مراجعه شود). به این ترتیب، روش IDA ICP-MS در پیوست الف فقط برای اهداف آگاهی‌بخشی ارائه شده‌است.

۵ اهمیت و کاربرد

۱-۵ نقره ممکن است در عمل‌آوری محصولات منسوج مصرفی برای ایجاد خواص ضد میکروبی پیشرفته (قارچ‌ها، باکتری‌ها، ویروس‌ها) استفاده شود (به مراجع [3] و [4] کتاب‌نامه مراجعه شود). در هر نقطه از چرخه عمر محصول منسوج، ممکن است نیاز به اندازه‌گیری مقدار نقره ایجاد شود. این استاندارد روش آزمون را براساس آنالیز ICP-OES یا ICP-MS که سازندگان، تولیدکنندگان، آنالیزگران، سیاستگذاران، تنظیم‌کننده‌های مقررات و سایرین ممکن است برای اندازه‌گیری مقدار نقره کل در منسوجات استفاده کنند، پیشنهاد می‌کند. همان‌طور که در راهنمای ASTM E3025 توضیح داده شده‌است، تعیین مقدار نقره کل در یک محصول منسوج مصرفی یکی از مؤلفه‌های رویکرد لایه‌ای برای تعیین اینکه اگر نقره وجود دارد، احتمالاً به‌صورت نانوماده (مواد) (یک یا چند بعد خارجی در مقیاس نانو)، پیش از اندازه‌گیری شکل و بُعد نقره یافت شده‌است. آنالیزهای ICP-OES یا ICP-MS به تنهایی برای تعیین این‌که آیا منسوج حاوی نانوماده (مواد) نقره است، کافی نیست.

یادآوری - شکل‌های مختلف شیمیایی و فیزیکی نقره وجود دارد که برای عمل‌آوری منسوجات استفاده می‌شود و نمای کلی از این موضوع در راهنمای ASTM E3025 ارائه شده‌است.

۲-۵ همان‌طور که در راهنمای ASTM E3025 توضیح داده شده‌است، مقدار نقره در یک منسوج می‌تواند با گذشت زمان کاهش یابد زیرا ترکیبات نقره و نقره فلزی می‌توانند با اکسیژن و سایر عوامل فعال اکسایش - کاهش (ردوکس) موجود در محیط برای تشکیل گونه‌های یونی محلول که در تماس با رطوبت (به‌عنوان مثال، از رطوبت محیط، شستشو، عرق بدن، باران یا منابع دیگر) آزاد می‌شوند، واکنش دهند. از این‌رو، اگر نقره در منسوجی اندازه‌گیری شود، نتیجه فقط ممکن است نشانگر آن لحظه از چرخه عمر کالا باشد، دراستنتاج زمانی از نتایج، دقت زیادی لازم است.

۳-۵ اگر نقره با آنالیز ICP-OES یا ICP-MS اندازه‌گیری شود، آنالیزهای بیشتر برای روشن شدن شکل نقره در نمونه منسوج مورد نیاز است. این مرحله ضروری است زیرا نتایج ICP-OES یا ICP-MS برای نقره کل مستقل از حالت شیمیایی و فیزیکی است و منسوجات ممکن است با نقره در اندازه‌هایی از گستره مقیاس نانو (به عنوان مثال نانوذرات نمک) تا مقیاس میکرومتر (به‌عنوان مثال ذرات یا الیاف) عمل‌آوری شوند.

۴-۵ اگر هیچ نقره‌ای با ICP-OES آشکارسازی نشود، توصیه می‌شود از ICP-MS حساس‌تر استفاده شود تا اگر نقره در نمونه وجود دارد مشخص شود. اگر با روش تجزیه‌ای مناسب (سازگار برای هدف) هیچ نقره‌ای در نمونه منسوج آشکارسازی نشود، سپس آزمون می‌تواند خاتمه یابد.

یادآوری- حدود آشکارسازی معمول روش $0.6 \mu\text{g Ag/L}$ با ICP-OES و $0.002 \mu\text{g Ag/L}$ با ICP-MS است که با حدودی که به طور موفقیت آمیزی برای آشکارسازی نقره در گستره وسیعی از محصولات شامل منسوجات ورزشی و زخم پوش ها، استفاده می شود، قابل مقایسه است (به مرجع [2] کتاب نامه مراجعه شود).

۵-۵ نتایج آنالیز ICP-OES یا ICP-MS بسته به اثربخشی روش اجرایی هضم برای بستر منسوج، ممکن است کیفی یا کمی باشد. صرف نظر از آن، آنالیز ICP-OES یا ICP-MS به عنوان اولین گام برای پایش حضور نقره در منسوج توصیه می شود و نتایج می تواند برای اطلاع از آنالیزهای دقیق تر بعدی به عنوان بخشی از یک رویکرد لایه ای برای تعیین اینکه آیا یک منسوج حاوی نانومواد نقره است، استفاده شود.

۶ تداخلها

۶-۱ احتمال وجود رسوب های نقره پس از مرحله هضم وجود دارد که منجر به اندازه گیری ناقص نقره می شود. کلرید و سولفید به این صورت شناخته شده اند که با نقره محلول واکنش می دهند تا رسوب های کم محلول تشکیل دهند (به مراجع [5] و [6] کتاب نامه مراجعه شود). این عناصر ممکن است در برخی از واکنشگرها، بسترهای منسوج، آبها (زیست محیطی، شیر) و سیالات بدن (به عنوان مثال عرق) که ممکن است با منسوج در تماس باشد، وجود داشته باشند. اگر رسوب نقره سولفید تشکیل شود، باید مراحل عمل آوری بیشتر برای دوباره حل کردن نقره پیش از آنالیز ICP انجام شود (به بند ۱۲ مراجعه شود). هنگامی که از هیدروکلریک اسید ($1\% \text{ v/v}$) استفاده می شود، کل هضم نمونه قابل بازیابی با این روش آزمون، به طور موثری گونه AgCl محلول تشکیل خواهد داد که برای تعیین نقره در نمونه های آبی حاوی غلظت تا $100 \mu\text{g/L}$ نقره مناسب است (به مرجع [7] کتاب نامه مراجعه شود). از سوی دیگر، ممکن است IDA ICP-MS مفید باشد (به پیوست الف مراجعه شود).

۷ دستگاهها

۷-۱ ظرف های آزمایشگاهی، ظرف های شیشه ای، بشرها و بالن های حجمی که مطابق با ویژگی های مندرج در استانداردهای ASTM E288 و ASTM E694 هستند و از شیشه های بوروسیلیکات ساخته شده اند که مطابق با الزامات ISO 3585 است. ظرف های شیشه ای باید پیش از استفاده با حداقل ۲۴ ساعت خیساندن در نیتریک اسید و سپس آبکشی کامل با آب، تمیز شوند. از سوی دیگر، پیش از استفاده، ظرف های شیشه ای باید با شوینده آزمایشگاهی مناسب مورد استفاده در ماشین شستشوی آزمایشگاهی، تمیز شوند. ظرف های آزمایشگاهی بسیاری عاری از فلز (به عنوان مثال، فلوروسپار، پلی پروپیلن و پلی اتیلن با چگالی کم یا زیاد)، به ویژه برای آنالیزهای سطح اندک با ICP-MS توصیه می شود.

۷-۲ ترازوی تجزیه ای، کالیبره شده با استاندارد قابلیت ردیابی و قادر به توزین تا 10^{-7} Kg است.

۳-۷ لوله‌های هضم، ظرفیت L ۰٫۰۵۰ با درب‌پوش پیچی، ساخته‌شده از یک ماده بی‌اثر (به عنوان مثال، پلی‌پروپیلن) که قادر به تحمل دمای °C ۱۰۰ تا °C ۱۲۰ است. انواع دیگر لوله‌هایی با درب‌پوش پیچی ممکن است استفاده شود به شرط اینکه بی‌اثر بوده و قادر به تحمل دمای ناشی از هضم باشند.

۴-۷ هضم‌کننده بلوکی، دستگاه هضم که از نظر گرماایستایی کنترل می‌شود، قادر به حفظ دمای داخلی °C ۹۵ برای نمونه‌های در حال هضم، با چاهک‌های مناسب برای لوله‌های هضم L ۰٫۰۵۰ است. لوله‌های هضم با اندازه دیگر می‌تواند با هضم‌کننده‌های بلوکی با اندازه مناسب، استفاده شوند.

۵-۷ طیف‌سنج نشر نوری، اختلاف‌هایی بین ساخت‌ها و مدل‌های مختلف دستگاه وجود دارد به این ترتیب، دستورالعمل‌های عملیاتی دقیق ارائه نمی‌شود. آزمونگر باید دستورالعمل‌های ارائه‌شده توسط سازنده دستگاه خاص خود را دنبال کند. این وظیفه آزمونگر است که تصدیق کند پیکربندی دستگاه و شرایط عملیاتی مورد استفاده، الزامات آنالیزی این روش آزمون را برآورده و همچنین داده‌های کنترل کیفی را به‌منظور کارایی دستگاه و تأیید نتایج آنالیزی حفظ می‌کند.

۶-۷ طیف‌سنج جرمی، اختلاف‌هایی بین ساخت‌ها و مدل‌های مختلف دستگاه وجود دارد و به همین ترتیب، دستورالعمل‌های عملکردی تفصیلی ارائه نمی‌شود. آزمونگر باید دستورالعمل‌های ارائه‌شده توسط سازنده دستگاه خاص خود را دنبال کند. این وظیفه آزمونگر است که تصدیق کند پیکربندی دستگاه و شرایط عملیاتی مورد استفاده، الزامات آنالیزی این روش آزمون را برآورده و همچنین داده‌های کنترل کیفی را به منظور کارایی دستگاه و تأیید نتایج آنالیزی، حفظ می‌کند.

۸ واکنشگرها و مواد

۱-۸ خلوص واکنشگرها، نیتریک اسید با درجه خلوص فلز کم (غلیظ)، هیدروژن پراکسید، آمونیم هیدروکسید و هیدروکلریک اسید باید در تمام آزمون‌ها استفاده شود. مگر در مواردی که مشخص شده باشد، از واکنشگرهای متفاوتی ممکن است استفاده شود، به شرط آنکه ابتدا مشخص شود که واکنشگر از خلوص کافی بالایی برخوردار است که اجازه استفاده از آن را بدون ازدست‌دادن درستی تعیین، بدهد.

۲-۸ خلوص آب، غیر از مواردی که نشان داده شده‌است، ارجاع به آب باید به معنای آب واکنشگر باشد که مطابق با الزامات مقاومت $18,2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ (۲۵ °C) برای آب «نوع ۱» در ویژگی‌های مندرج در استاندارد ASTM D1193 باشد.

۳-۸ محلول‌های استاندارد ذخیره، محلول‌های استاندارد ذخیره از استاندارد نقره با خلوص بالا با غلظت(های) گواهی‌شده قابل‌ردیابی به استانداردهای اولیه آماده شوند. از طرف دیگر، می‌توان از محلول‌های نقره ذخیره موجود در بازار آماده‌سازی‌شده توسط یک تأمین‌کننده تأیید صلاحیت‌شده براساس استاندارد

ISO 17034 که به طور خاص برای طیف‌سنجی ICP-OES یا ICP-MS آماده‌سازی شده‌است و قابل‌ردیابی به استانداردهای اولیه هستند، استفاده کرد.

۸-۴ محلول استاندارد داخلی، از استانداردهای خلوص بالای عنصر استاندارد داخلی انتخابی که دارای غلظت(های) گواهی‌شده قابل‌ردیابی به استانداردهای اولیه است، آماده کنید. استاندارد داخلی باید با بستر نمونه مورد‌آزمون و بستر محلول استاندارد ذخیره سازگار باشد. توصیه می‌شود استاندارد داخلی عنصری باشد که جزء نمونه مورد‌آزمون نیست و بهتر است تداخل طیفی یا ایزوباری برای سنجیدنی موردنظر نداشته باشد. در حالت مطلوب، استاندارد داخلی باید رفتار شیمیایی و آنالیزی مشابهی با نقره نشان دهد و توصیه می‌شود براساس یک مطالعه همبستگی انتخاب شود. همان‌طور که در روش آزمون ASTM D7439 مشخص شده‌است، ایندیم (115In) و رودیم (103Rh) دارای m/z مشابه با ایزوتوپ‌های نقره هستند و ممکن است استانداردهای داخلی مناسب برای ICP-MS باشد. اسکاندیم یا عنصر مناسب دیگری که براساس مطالعه همبستگی انتخاب شده‌است، می‌تواند به‌عنوان استاندارد داخلی برای آنالیز نقره با ICP-OES استفاده شود.

۹ مخاطرات

۹-۱ کاربر باید برای کسب اطلاعات بیشتر در مورد سازگاری و انبارش و کارکردن مناسب با هر ماده شیمیایی، به برگه داده ایمنی (SDS) ^۱ آن ماده شیمیایی مراجعه کند.

۹-۲ نیتریک اسید غلیظ، خورنده^۲ و اکسیدکننده و بخار آن تحریک‌کننده است. از تماس با پوست یا چشم یا تنفس دُردوها^۳ (فیوم) خودداری کنید. از تجهیزات محافظت شخصی مناسب (مانند دستکش‌های غیرقابل نفوذ، عینک ایمنی، محافظ صورت، روپوش آزمایشگاهی و موارد دیگر) که با ارزیابی خطر هنگام کار با نیتریک اسید غلیظ و انجام هضم نمونه با نیتریک اسید در ظرف باز زیر هود، مستقرشده، استفاده کنید.

۹-۳ هیدروژن پراکسید تقریباً (m/m) ۳۰٪، خورنده، اکسیدکننده و بسیار واکنش‌دهنده است. دور از اسیدهای قوی انبار شود. از تجهیزات محافظت شخصی مناسب (مانند دستکش‌های غیرقابل نفوذ، عینک ایمنی، محافظ صورت، روپوش آزمایشگاهی و موارد دیگر) که با ارزیابی مخاطره هنگام کار با هیدروژن پراکسید، مستقر شده، استفاده کنید.

۹-۴ آمونیم هیدروکسید (m/m) ۲٫۸٪، خورنده است. از تماس با پوست یا تنفس خودداری کنید. از تجهیزات محافظت شخصی مناسب (مانند دستکش‌های غیرقابل نفوذ، عینک ایمنی، محافظ صورت، روپوش آزمایشگاهی و موارد دیگر) که با ارزیابی خطر هنگام کار با آمونیم هیدروکسید ایجاد شده، استفاده کنید.

1- Safety data sheet
2- Corrosive
3 - Fumes

۹-۵ هیدروکلریک اسید تقریباً (۷/۷٪)، خورنده است. از تماس با پوست یا تنفس خودداری کنید. از تجهیزات محافظت شخصی مناسب (مانند دستکش‌های غیرقابل نفوذ، عینک ایمنی، محافظ صورت، روپوش آزمایشگاهی و موارد دیگر) که با ارزیابی خطر هنگام کار با هیدروکلریک اسید ایجاد شده، استفاده کنید.

۹-۶ افزایش فشار هنگام گرم کردن لوله‌های نمونه ممکن است منجر به فوران لوله‌های نمونه شود. برای جلوگیری از افزایش فشار، درب‌پوش‌های پیچی روی لوله‌های هضم نباید هنگام گرم شدن در هضم‌کننده بلوک درزبندی شود. هضم‌کننده بلوکی باید در یک هود دژدود شیمیایی (هود فیوم شیمیایی) مورد استفاده قرار گیرد که حداقل مطابق با الزامات مراجع ذی‌صلاح بوده، و توسط «مامور بهداشت شیمیایی» یا شخص (اشخاص) «مسئول اداره بهداشت حرفه‌ای»، به‌طور مناسب، تایید شده باشد.

۱۰ نمونه‌برداری و آزمون‌ها

۱۰-۱-۱ منسوج موردنظر تهیه می‌شود و تعداد مطلوب نمونه‌های نماینده با قیچی عاری از نقره (به‌عنوان مثال پلاستیکی یا سرامیکی) مطابق با راهبرد نمونه‌برداری مناسب که مناطق حاوی نقره در آن قرار دارند، از منسوج بریده می‌شود. توصیه می‌شود طرح نمونه‌برداری (شامل راهبرد جمع‌آوری و تعداد نمونه‌ها) برای هدف موردنظر مناسب باشد. علاوه بر این، در منسوجاتی مانند لباس که ممکن است نقره به‌صورت ناهمگن پخش شده باشد، توصیه می‌شود با یک راهبرد از همه قسمت‌ها نمونه را به روشی متناسب با هدف موردنظر جمع‌آوری کنید.

یادآوری - توصیه می‌شود از نخ‌ها، تزئینات رودوزی و سایر اجزای مورد استفاده که در تولید محصول منسوج به‌کار رفته، آزمون جمع‌آوری شود.

۱۰-۲ در صورت عدم وجود دانش در مورد توزیع نقره در منسوج، آزمونگر باید فرض کند که نقره به‌صورت ناهمگن توزیع شده تا زمانی که خلاف این موضوع اثبات شود. اگر توزیع نقره در منسوج مشخص باشد یا فرض شود که ناهمگن است، آزمونگر باید نمونه‌ها را برای در نظر گرفتن این تنوع با استفاده از نوعی نمونه‌برداری تصادفی که توزیع اندازه‌گیری برای نیازهای خاص آنها را توصیف می‌کند، قیچی کند. از محاسبه نمونه‌برداری آماری (توان) می‌توان برای برآورد تعداد نمونه‌های موردنیاز برای دستیابی به سطح مطلوبی از دقت استفاده کرد.

یادآوری - محل و ابعاد نمونه‌ها نیز به اندازه منسوج خاص بستگی دارد. آنها ممکن است از بخشی از یک منسوج بزرگ (به عنوان مثال، ملافه) بریده شوند یا ممکن است کل منسوج برای گونه‌های کوچکتر (به عنوان مثال انگشت یک دستکش) باشد.

۱۰-۳ در نهایت، تعداد موردنظر آزمون از هر نمونه نماینده با استفاده از قیچی عاری از نقره بریده می‌شود. اگر توزیع نقره در نمونه منسوج مشخص باشد یا می‌تواند ناهمگن باشد، برای در نظر گرفتن تنوع، آزمون‌ها باید از نمونه‌ها بریده شوند. محل و ابعاد آزمون‌ها به نمونه خاص بستگی دارد.

یادآوری ۱- اگر توزیع نقره در منسوج مشخص و همگن باشد، نمونه‌های نماینده (و نمونه‌ها) می‌توانند از هر محل از کالا، به-عنوان مثال، از محل‌های مختلف در عرض منسوج بریده شوند.

یادآوری ۲- هنگام آماده‌سازی نمونه‌ها، توصیه می‌شود به سهم خطای مرتبط با تعیین جرم (به زیربند ۱۲-۱ مراجعه شود) به خطای کل تجزیه‌ای توجه شود. به‌عنوان مثال، عدم قطعیت نسبی در جرم یک نمونه ۱۰ mg وزن‌شده روی ۴ محل مختلف ترازو ۱٪ است.

۴-۱۰ مثال‌هایی از منسوجات، نمونه‌ها و شیوه‌های جمع‌آوری نمونه در روش آزمون ASTM D6413، AATCC 135 و قسمت‌های 1615 و 1616 از CFR 16^۱ شرح داده شده‌است.

۱۱ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱-۱۱ محلول‌های شاهد آزمون و شاهد واکنشگر آزمایشگاه را با استاندارد داخلی، با همان روش اجرایی هضم آزمونه‌ها که حاوی همه واکنشگرهای مورد استفاده در هضم نمونه، در همان مقادیر مورد استفاده برای آماده‌سازی محلول‌های نمونه آزمون و شاهد است، آماده کنید.

۲-۱۱ محلول‌های استاندارد ذخیره نقره را از یک استاندارد نقره با خلوص بالا که دارای غلظت(های) گواهی‌شده قابل‌ردیابی به استانداردهای اولیه (استاندارد اندازه‌گیری برقرار شده با استفاده از روش اجرایی اندازه‌گیری مرجع اولیه) یا محلول‌های ذخیره نقره در دسترس تجاری است و به‌طور خاص برای ICP-OES یا ICP-MS آماده‌سازی‌شده و قابل‌ردیابی به استانداردهای اولیه است، آماده‌سازی کنید.

۱-۲-۱۱ محلول‌های استاندارد کاری نقره را از محلول‌های استاندارد ذخیره با رقیق‌سازی متوالی با استفاده از اسیدها و غلظت‌های مشابه نمونه‌های مورد آزمون ICP-OES و ICP-MS آماده‌سازی کنید (به بندهای ۱۳ و ۱۴ مراجعه شود). توصیه می‌شود محلول‌های استاندارد کاری پیش از شروع اندازه‌گیری‌های کالیبراسیون آماده‌سازی شود.

یادآوری ۱- توصیه می‌شود برای درستی بیشتر، آزمونگر محلول‌ها را براساس کسر جرمی با استفاده از ترازوی کالیبره‌شده آماده‌سازی کند. مجموعه‌ای از محلول‌های کالیبراسیون، محلول شاهد کالیبراسیون اولیه (ICB) و محلول تایید کالیبراسیون اولیه (ICV) را آماده‌سازی کنید.

یادآوری ۲- از ICV برای ارزیابی درستی استانداردهای کالیبراسیون استفاده می‌شود. بنابراین باید از یک منبع اصلی محلول‌های ذخیره متفاوتی نسبت به محلول ذخیره مورد استفاده برای تهیه استانداردهای کالیبراسیون ساخته شود. استفاده از رقیق‌سازی متوالی متفاوت همان محلول ذخیره اصلی قابل‌قبول نیست.

۳-۱۱ محلول‌های کالیبراسیون را (ترجیحاً) از محلول‌های استاندارد کاری با استفاده از همان اسیدها و غلظت‌ها به‌عنوان محلول‌های نمونه مورد آزمون برای آنالیزهای ICP-OES و ICP-MS آماده‌سازی کنید (به بندهای ۱۳ و ۱۴ مراجعه شود) که گستره پیش‌بینی شده غلظت برای نمونه‌ها را در گستره خطی دستگاه، و

1 - Code of Federal Regulations

برای ایجاد منحنی کالیبراسیون تجزیه‌ای استفاده می‌شود، پوشش دهد. استاندارد داخلی را در محلول‌های کالیبراسیون قرار دهید. محلول‌های کالیبراسیون را روزانه و تازه آماده‌سازی کنید.

۱۱-۳-۱ محلول ICB را بدون افزودن هرگونه محلول استاندارد ذخیره یا محلول استاندارد کاری اما شامل استاندارد داخلی، آماده کنید.

۱۱-۳-۲ محلول ICV را با محلول ذخیره‌ای متفاوت با آنچه که برای آماده‌سازی استانداردهای کالیبراسیون استفاده شده و شامل استاندارد داخلی است، آماده کنید.

۱۱-۴ محلول شاهد کالیبراسیون مداوم (CCB) را بدون افزودن هرگونه محلول استاندارد ذخیره یا محلول استاندارد کاری اما شامل استاندارد داخلی آماده کنید (ICB و CCB) ممکن است از نظر فیزیکی همان محلول شاهد باشد اما به‌طور جداگانه مشخص می‌شود تا موقعیت آنها را در توالی آنالیزی نشان دهد).

۱۱-۵ محلول تصدیق کالیبراسیون مداوم (CCV) را با رقیق‌سازی متوالی همان استاندارد نقره منبع کالیبراسیون استاندارد آماده کنید. باید CCV شامل تمام واکنشگرها در همان حجم‌هایی باشد که در آماده‌سازی محلول‌های نمونه آزمون، از جمله استاندارد داخلی، استفاده می‌شود. ممکن است CCV یکی از محلول‌های واقعی کالیبراسیون باشد.

۱۱-۶ حد آشکارسازی روش (MDL) و حد کمی‌سازی روش (MQL) را در شرایط آنالیزی کاری تخمین بزنید و هر زمان که شرایط آزمون تغییر یافت، این کار را تکرار کنید.

۱۱-۶-۱ ده محلول شاهد واکنشگر آزمایشگاهی را با روش‌اجرایی هضم مورد استفاده برای آماده‌سازی محلول‌های نمونه مورد آزمون، آماده کنید.

۱۱-۶-۲ ده محلول شاهد واکنشگر آزمایشگاه را اندازه‌گیری (به بندهای ۱۳ و ۱۴ مراجعه شود) کنید.

۱۱-۶-۳ حد آشکارسازی روش (MDL) و حد کمی‌سازی روش (MQL) را به ترتیب با استفاده از سه برابر و ده برابر انحراف معیار میانگین سیگنال شاهد واکنشگر آزمایشگاهی محاسبه کنید. برای جزئیات بیشتر، به روش آزمون مندرج در استاندارد ASTM D7035 مراجعه شود.

یادآوری - در این استاندارد محاسبه MDL مطابق با روش آزمون مندرج در استاندارد ASTM D7035 پیشنهاد می‌شود، اگرچه رویکردهای جایگزین مانند آنچه عملاً در ASTM D4210 شرح داده شده است ممکن است در صورت مناسب‌تر بودن، برای هدف مورد نظر اندازه‌گیری، استفاده شود.

۱۱-۷ منحنی کالیبراسیون را تحت شرایط تجزیه‌ای کاری تعیین کرده و هر زمان که شرایط آزمون تغییر یافت، این کار را تکرار کنید (به بخش‌های توصیف‌شده در زیربند ۷-۱۳ برای ICP-OES و ۶-۱۴ برای ICP-MS مراجعه شود).

۱۱-۷-۱ حداقل پنج استاندارد کالیبراسیون باید در استقرار منحنی کالیبراسیون استفاده شود. استانداردهای کالیبراسیون را به ترتیب افزایش غلظت آنالیز کنید. اگر نتایج CCB از این غلظت فراتر رود، این رویکرد امکان اقدامات اصلاحی را فراهم می‌کند (به زیربندهای ۱۳-۹-۱ و ۱۴-۸-۱ مراجعه شود).

۱۱-۷-۲ ابتدا ICB و به دنبال آن محلول‌های کالیبراسیون را به ترتیب افزایش غلظت اندازه‌گیری کنید و سپس ICB و به دنبال آن ICV را دوباره آنالیز کنید. ضریب همبستگی خطی را برای محلول‌های کالیبراسیون محاسبه کنید. اگر همبستگی $R^2 < 0.999$ بود، کالیبراسیون را تکرار کنید. جزئیات بیشتر در مورد گستره خطی دستگاه را می‌توان در بیشتر کتابچه‌های راهنمای کاربر دستگاه یا در یادداشت‌های فنی موجود در برخی از وبگاه‌های فروشنده یا هر دو پیدا کرد.

۱۲ روش اجرایی انجام هضم نمونه

۱۲-۱ برای اندازه‌گیری جرم هر نمونه که نزدیک 1×10^{-7} kg است از ترازوی تجزیه‌ای کالیبره شده استفاده کنید و وزن را ثبت کنید.

۱۲-۲ نمونه را هضم کنید [8].

۱۲-۲-۱ هر نمونه وزن شده را در یک لوله PFA تمیز 0.050 L (یا سایر لوله‌های مناسب) قرار دهید.

۱۲-۲-۲ مقدار 0.005 L آب یون‌زدایی شده به هر لوله اضافه کنید و کار را با افزودن 0.10 L از نیتریک اسید v/v ۷۰٪ ادامه دهید. اگر مشکوک به وجود کلرید در منسوج هستید، باید هیدروکلریک اسید (۱٪) اضافه شود تا هنگامی که غلظت نقره در محلول نمونه تا $100 \mu\text{g/L}$ برسد و AgCl محلول تشکیل دهد (به مرجع [7] کتاب‌نامه مراجعه شود).

۱۲-۲-۳ همه لوله‌ها را در هضم‌کننده بلوکی که در یک هود فیوم شیمیایی قرار دارد بگذارید تا شرایط پیشنهاد شده در زیربند ۶-۹ و دمای 95°C را برای ۷۰ دقیقه برآورده کند. درب‌پوش‌های پیچی را به‌طور کامل محکم نکنید تا از فشار در داخل لوله در هنگام گرمایش جلوگیری شود.

۱۲-۲-۴ همه لوله‌ها را از هضم‌کننده بلوکی بردارید، خنک کنید و 0.002 L آب و 0.003 L هیدروژن پراکسید ۳۰٪ به هر لوله اضافه کنید.

۱۲-۲-۵ لوله‌ها را به هضم‌کننده بلوکی در دمای 95°C برگردانید و 0.001 L از هیدروژن پراکسید ۳۰٪ اضافه کنید تا زمانی که جوشیدن متوقف شود. درب‌پوش‌های پیچی را به‌طور کامل محکم نکنید تا از فشار در داخل لوله در هنگام گرمایش جلوگیری شود.

۱۲-۲-۶ لوله‌ها را به مدت ۱۲۰ دقیقه در ۹۵ °C حرارت دهید. درب‌پوش‌های پیچی را به‌طور کامل محکم نکنید تا از فشار در داخل لوله در هنگام گرمایش جلوگیری شود.

یادآوری ۱- اگر هضم اسیدی ناقص یا ناکارآمد باشد، آزمونگر ممکن است پیش از انجام هضم تر^۱ نمونه را در یک بوتله سرامیکی خاکستر کند. روش‌های اجرایی خاکسترسازی خشک گزارش‌شده در منابع فقط در پیوست ب برای اهداف آگاهی‌بخشی ارائه شده‌است.

یادآوری ۲- اگر رسوب در هضم مشهود باشد، آزمونگر باید مواد جامد را پیش از آنالیز، دوباره حل کند.

یادآوری ۳- اگر رسوب‌های نقره کلرید تشکیل شد، یکی از گزینه‌ها تبخیر همه اسیدها و عمل‌آوری هضم کامل نمونه با هیدروکسید آمونیم غلیظ برای انحلال مجدد نقره است. مرجع [2] گزینه‌های بیشتری در مورد چگونگی انحلال مجدد رسوبات نقره کلرید ارائه می‌دهد.

یادآوری ۴- اگر رسوب‌های نقره سولفید تشکیل شد، یک گزینه برای دوباره حل کردن این ذرات استفاده از روش‌های هضم سیانیدی است (به مراجع [9] و [10] کتاب‌نامه مراجعه شود). باین‌حال، چنین روش‌های اجرایی برای جلوگیری از قرار گرفتن کارور در هنگام کار با سیانید به کنترل‌های ایمنی و سلامت خاصی نیاز دارد. جایگزینی که از استفاده از ترکیبات سیانید جلوگیری می‌کند، IDA ICP-MS است (به پیوست الف مراجعه شود).

۱۲-۲-۶-۱ حجم اسید را با تبخیر تا نزدیک خشک شدن کاهش داده و برای دستیابی به غلظت موردنظر، استاندارد داخلی اضافه کنید. با رقیق‌سازی کمی با آب یون‌زدایی‌شده یا نیتریک اسید رقیق به حجم نهایی موردنظر برسید تا غلظت نهایی نیتریک اسید برای آزمون در هر دو روش ICP-OES و ICP-MS، v/v ، ۲٪ شود.

یادآوری - روش هضم پیشنهادشده در اینجا برای ریون، پنبه، پلی‌استر و لیکرا کاربرد دارد (به بند ۱۷ مراجعه شود). روش‌های اجرایی «هضم با کمک میکروویو»^۲ ممکن است برای سایر بسترهای منسوج (به مرجع [2] کتاب‌نامه مراجعه شود) لازم باشد و برخی از روش‌های اجرایی موجود گزارش‌شده در منابع برای اهداف آگاهی‌بخشی در پیوست پ ارائه شده است.

۱۳ روش اجرایی انجام آنالیز ICP-OES

۱۳-۱ برای کارکردن با ICP-OES و تنظیمات بهینه آنالیزی به دستورالعمل‌های سازنده مراجعه کنید. این روش آزمون فرض می‌کند که روش‌های اجرایی عملیاتی مطلوبی دنبال می‌شود. تفاوت طراحی بین دستگاه‌ها، فهرست کردن جزئیات شرایط را غیرعملی می‌کند.

۱۳-۲ برای راهنمایی در مورد آنالیز ICP-OES، از جمله نما و شرایط پلاسما (جریان گاز، توان بسامد رادیویی، ارتفاع مشاهده و غیره)، ورود نمونه و کنترل کیفی، آزمونگر به روش آزمون ASTM D7035 ارجاع داده می‌شود.

1- Wet Digestion

2- Microwave-Assisted Digestion

۱۳-۳ یک یا چند خط نشری را برای اندازه‌گیری نقره انتخاب کنید، معمولاً از خط $328,068 \text{ nm}$ استفاده می‌شود، مگر اینکه لازم باشد از این طول موج به دلیل تداخل طیفی یا پس‌زمینه قابل توجه اجتناب شود. بررسی کنید طول موج در دستگاه موجود قابل دسترسی باشد.

یادآوری - توافقی نتایج به‌دست آمده با استفاده از طول موج‌های $328,068 \text{ nm}$ نقره و $338,289 \text{ nm}$ نقره، اطمینان‌بخشی اندازه‌گیری را نشان می‌دهد که تداخل وجود ندارد.

۱۳-۴ پیش از هر اندازه‌گیری، آزمونگر باید توصیه‌های سازنده دستگاه را برای بررسی‌های منظم دیداری انجام دهد تا اطمینان حاصل شود که دستگاه در وضعیت خوبی است و بررسی‌های عملکرد روزانه را انجام دهد تا تصدیق کند که این دستگاه مطابق با مشخصات کار می‌کند.

۱۳-۵ به دستگاه ICP-OES اجازه دهید تا مطابق توصیه‌های سازنده یا ۳۰ دقیقه تا ۶۰ دقیقه گرم شود. توصیه می‌شود در هنگام گرم شدن محلول ICB یا CCB را به داخل پلازما بدمید.

۱۳-۶ برای اطمینان از اعتبار داده‌های به‌دست آمده از آنالیز ICP-OES، موارد کنترل کیفی ذکر شده در اینجا حداقل برای هر طول موج سنجیدنی (به روش آزمون مندرج در استاندارد D7035 مراجعه شود) در نظر گرفته می‌شوند.

۱۳-۶-۱ هنگام آنالیز، یک روبش طیفی در $328,068 \text{ nm}$ از محلول ICB، محلول کالیبراسیون و محلول نمونه موردآزمون معمولی به پلازما انجام دهید. پروفایل‌های خط را بررسی کرده و نقاطی را انتخاب کنید که در آن اندازه‌گیری‌های تصحیح پس‌زمینه انجام شود. در صورت کاربرد، اندازه‌گیری‌های تصحیح پس‌زمینه را در یک نقطه انجام دهید تا جابه‌جایی ساده پس‌زمینه یعنی جابه‌جایی در شدت پس‌زمینه را که اساساً در یک گستره معین ثابت است (به عنوان مثال $0,5 \text{ nm}$) در هر دو طرف خط نشری سنجیدنی اصلاح کنید. از طرف دیگر، برای پس‌زمینه شیب‌دار، اندازه‌گیری تصحیح پس‌زمینه را در دو نقطه انجام دهید تا جابه‌جایی پس‌زمینه غیرثابت اصلاح شود.

۱۳-۷ دستگاه را در غلظت‌های نقره که گستره پیش‌بینی شده در نمونه‌های آزمون را پوشش می‌دهد، کالیبره کنید (برای جزئیات بیشتر به بند ۶-۱۱ مراجعه شود):

۱۳-۷-۱ با ICB شروع کنید و محلول را در پلازما بدمید. اندازه‌گیری‌های نشر را در $328,068 \text{ nm}$ انجام دهید. با محلول‌های کالیبراسیون باقیمانده به ترتیب افزایش غلظت ادامه دهید. شدت نشر ICB باید از شدت نشر محلول‌های کالیبراسیون کم شود. منحنی کالیبراسیون برای پاسخ نقره از تمام اندازه‌گیری‌های تصحیح‌شده پس‌زمینه با استفاده از رگرسیون خطی و رایانه دستگاه، ایجاد می‌شود.

۱۳-۷-۲ از یک محلول شستشو، زمان شستشو و سرعت شستشوی مناسب بین اندازه‌گیری‌ها استفاده کنید تا اطمینان حاصل شود که هیچ‌گونه همراه‌بری قابل توجهی بین اندازه‌گیری‌ها وجود ندارد. توصیه می‌شود

محلول شستشو ترکیب مشابهی با محلول نمونه (۷/۷٪ نیتریک اسید رقیق) داشته باشد. پروتکل شستشوی مناسب بین اندازه‌گیری‌های نمونه، آبکشی با ۷/۷٪ نیتریک اسید رقیق با همان سرعت پمپ یا سریع‌تر از سرعت مورد استفاده برای آنالیز نمونه است، اما بالاتر از حداکثر سرعت جریان مه‌پاش نیست.

۱۳-۸ از نرم‌افزار دستگاه برای اصلاح اریبی سیگنال به‌دست آمده از نمونه‌ها استفاده کنید و ICB را به‌عنوان پاسخ خط‌زمینه تنظیم کنید. سیگنال استاندارد داخلی برای تثبیت سیگنال نمونه براساس تغییرات انتقال نمونه در سامانه ورود نمونه استفاده می‌شود. توصیه می‌شود پاسخ سیگنال استاندارد داخلی در هر محلول شاهد و نمونه مورد آزمون بین ۵۰٪ تا ۱۲۵٪ پاسخ در محلول ICB باشد. برای پاسخ‌های خارج از این گستره، دلایل را بررسی کنید، اقدام اصلاحی انجام دهید و آنالیزها را تکرار کنید یا نمونه رقیق‌شده را آنالیز کنید. از طرف دیگر، ممکن است از روش افزایش استاندارد استفاده شود.

۱۳-۹ بلافاصله پس از کالیبراسیون، محلول ICB، محلول ICV، محلول‌های CCB و سپس محلول CCV را دوباره آنالیز کنید.

۱۳-۹-۱ اگر غلظت اندازه‌گیری‌شده نقره در محلول ICB بالاتر از MDL (آنالیز کمی) یا کمینه غلظت ایجادشده توسط آزمایشگاه (آنالیز کیفی) باشد، ICB را دوباره آنالیز کنید. اگر غلظت ICB همچنان بالاتر از حد منتخب است، اقدامات اصلاحی مانند شستشوی کامل سامانه ورود نمونه یا کالیبراسیون مجدد یا هر دو را انجام دهید.

۱۳-۹-۲ اگر ICV بیش از ۱۰٪ \pm از مقدار مشخص‌شده خود انحراف پیدا کند، دستگاه باید با استفاده از محلول‌های استاندارد تازه آماده‌سازی‌شده دوباره کالیبره شود. نمونه‌های هضم‌شده تحت این شرایط قابل اندازه‌گیری نیستند.

۱۳-۹-۳ اگر غلظت اندازه‌گیری‌شده نقره در نمونه CCV همچنان بیش از ۵٪ \pm (آنالیز کمی) یا یک مقدار انتخاب‌شده دیگر (آنالیز کیفی) تغییر یافته باشد، CCV را دوباره آنالیز کنید. اگر غلظت CCV با بیش از ۵٪ \pm (یا مقدار انتخاب‌شده برای آنالیز کیفی) انحراف داشته باشد، آنالیز را به تعلیق درآورید و طیف‌سنج را دوباره کالیبره کنید.

۱۳-۱۰ محلول‌های نمونه موردآزمون را به پلاسما بدمید و نشر نقره را سه بار در 328.3 nm اندازه‌گیری کنید. محلول‌های کنترل کیفی CCB و CCV را با تواتر حداقل یک محلول به ازای هر ۱۰ نمونه موردآزمون (یا اگر کمتر از ۱۰ نمونه است حداقل یک محلول در هر دسته) آنالیز کنید و از نتایج برای پیش‌عملکرد روش‌اجرایی آنالیز استفاده کنید. توصیه می‌شود که دقت سیگنال به‌نجارشده استاندارد داخلی از انحراف معیار نسبی ۳٪ $<$ بیشتر نشود.

یادآوری - برای بیشتر فلزات، از جمله نقره، انحراف معیار نسبی اندازه‌گیری‌های نشری تکراری یک محلول آزمون داده‌شده، اگر غلظت اندازه‌گیری‌شده بالاتر از MQL باشد، به‌طور کلی ۲٪ $<$ خواهد بود.

۱۳-۱۰-۱ اگر غلظت اندازه‌گیری شده نقره در محلول CCB بالاتر از MDL (آنالیز کمی) یا کمینه غلظت ایجاد شده به وسیله آزمایشگاه (آنالیز کیفی) باشد، CCB را دوباره آنالیز کنید. اگر غلظت CCB بالاتر از حد منتخب است، اقدامات اصلاحی مانند شستشوی کامل سامانه ورود نمونه یا کالیبراسیون مجدد یا هر دو را انجام دهید.

۱۳-۱۰-۲ اگر غلظت اندازه‌گیری شده نقره در نمونه CCV بیش از $\pm 10\%$ (آنالیز کمی) یا یک مقدار انتخاب شده دیگر (آنالیز کیفی) تغییر یافته باشد، CCV را دوباره آنالیز کنید. اگر غلظت CCV بیش از $\pm 10\%$ (یا مقدار انتخاب شده برای آنالیز کیفی) انحراف داشته باشد، آنالیز را به حالت تعلیق در آورید و طیف‌سنج را دوباره کالیبره کنید. توصیه می‌شود هر محلول آزمونی که در دوره‌ای که در آن تغییر حساسیت رخ داده است، مورد آنالیز قرار گرفته است، دوباره آنالیز شود.

۱۳-۱۱ از محلول‌های شاهد واکنشگر آزمایشگاهی برای تعیین این که آیا نمونه‌ها از فعالیت‌های آزمایشگاهی آلوده شده‌اند، استفاده کنید. این محلول‌های شاهد را با تواتر سه محلول در هر ۲۰ نمونه یا کمینه سه محلول در هر دسته در صورت کمتر از ۲۰ نمونه، پردازش کنید.

۱۳-۱۲ محلول CCB و CCV را در انتهای هر دسته آنالیزی، آنالیز کنید.

۱۳-۱۳ اگر غلظت نقره در محلول نمونه مورد آزمون بالاتر از حد بالایی محدوده کالیبراسیون باشد، نمونه را با یک ضریب مناسب و در صورت لزوم تطبیق بستر رقیق کنید و آنالیز را تکرار کنید (و آن ضریب رقیق‌سازی را در نظر بگیرید). از طرف دیگر، از طول موج آنالیزی جایگزین مناسب استفاده کنید.

۱۴ روش اجرایی ICP-MS

۱۴-۱ برای کارکردن با دستگاه ICP-MS و تنظیمات بهینه آنالیزی به دستورالعمل‌های سازنده مراجعه کنید. این روش آزمون فرض می‌کند که روش‌های اجرایی عملیاتی مطلوبی دنبال می‌شود. تفاوت طراحی بین دستگاه‌ها، فهرست کردن جزئیات شرایط را غیر عملی می‌کند.

۱۴-۲ برای راهنمایی در مورد آنالیز ICP-MS، از جمله نمای پلاسما و شرایط (جریان گاز، توان بسامد رادیویی و غیره)، آهنگ جریان گاز مه‌پاشی، عمق نمونه‌برداری و آهنگ ورود و کنترل کیفی، آزمونگر به روش آزمون مندرج در استاندارد ASTM D7439 ارجاع داده می‌شود.

۱۴-۳ جرم آنالیزی نقره را که معمولاً برای اندازه‌گیری نقره استفاده می‌شود، انتخاب کنید، معمولاً m/z ۱۰۷ استفاده می‌شود، همچنین می‌توان هر دوی m/z ۱۰۷ و m/z ۱۰۹ را استفاده کرد.

یادآوری - توافقی نتایج به دست آمده با استفاده از m/z ۱۰۷ و m/z ۱۰۹ نشان می‌دهد اندازه‌گیری قابل اطمینان بوده و تداخلی وجود ندارد.

۴-۱۴ پیش از هر اندازه‌گیری، آزمونگر باید بنا به توصیه‌های سازنده دستگاه بررسی‌های منظم دیداری انجام دهد تا اطمینان حاصل شود که دستگاه در وضعیت خوبی است و بررسی‌های عملکرد روزانه را انجام دهد تا تصدیق کند که این دستگاه مطابق مشخصات کار می‌کند.

۵-۱۴ به دستگاه ICP-MS اجازه دهید تا مطابق توصیه‌های سازنده یا ۳۰ دقیقه تا ۶۰ دقیقه گرم شود. توصیه می‌شود در هنگام گرم شدن محلول ICB یا CCB را به داخل پلاسما بدمید.

۶-۱۴ دستگاه را در غلظت‌های نقره که گستره پیش‌بینی‌شده در نمونه‌های آزمون را پوشش می‌دهد، کالیبره کنید (برای جزئیات بیشتر به زیربند ۶-۱۱ مراجعه شود).

۱-۶-۱۴ با محلول ICB شروع کنید و محلول‌های کالیبراسیون را به ترتیب افزایش غلظت، به پلاسما بدمید. با محلول‌های کالیبراسیون باقیمانده ادامه دهید. اندازه‌گیری‌ها را انجام دهید. شدت سیگنال ICB باید از شدت سیگنال همه محلول‌های کالیبراسیون کسر شود. منحنی کالیبراسیون برای پاسخ نقره برای تمام اندازه‌گیری‌های تصحیح‌شده پس‌زمینه با رگرسیون خطی و رایانه دستگاه، ایجاد می‌شود.

۲-۶-۱۴ کل مسیر آنالیزی دستگاه را کاملاً آبکشی کنید تا اطمینان حاصل شود که هیچگونه همراه‌بری سنجیدنی قابل توجهی بین اندازه‌گیری‌ها وجود ندارد. پروتکل شستشوی مناسب بین اندازه‌گیری‌های نمونه، آبکشی با نیتریک اسید رقیق ۷/۷٪ با همان سرعت پمپ یا سریع‌تر از سرعت مورد استفاده برای آنالیز نمونه است، اما بالاتر از حداکثر سرعت جریان مه‌پاش نیست.

۷-۱۴ سیگنال استاندارد داخلی برای تثبیت سیگنال نمونه براساس تغییرات انتقال نمونه در سامانه ورود نمونه استفاده می‌شود. توصیه می‌شود پاسخ سیگنال استاندارد داخلی در هر محلول شاهد و نمونه موردآزمون بین ۵۰٪ تا ۱۲۵٪ پاسخ در محلول ICB باشد. برای پاسخ‌های خارج از این گستره، دلایل را بررسی کنید، اقدام اصلاحی انجام دهید و آنالیزها را تکرار کنید یا نمونه رقیق‌شده را آنالیز کنید. از طرف دیگر، ممکن است از روش افزایش استاندارد استفاده شود.

۸-۱۴ بلافاصله پس از کالیبراسیون، محلول ICB دوم و به دنبال آن محلول ICV، محلول‌های CCB و سپس محلول CCV را آنالیز کنید.

۱-۸-۱۴ اگر غلظت اندازه‌گیری‌شده نقره در محلول ICB بالاتر از MDL (آنالیز کمی) یا کمینه غلظت ایجادشده توسط آزمایشگاه (آنالیز کیفی) باشد، ICB را دوباره آنالیز کنید. اگر غلظت ICB بالاتر از حد منتخب است، اقدامات اصلاحی مانند شستشوی کامل سامانه ورود نمونه یا کالیبراسیون مجدد یا هر دو را انجام دهید.

۱۴-۸-۲ اگر ICV بیش از $\pm 10\%$ از مقدار مشخص شده خود انحراف پیدا کند، دستگاه باید با استفاده از استانداردهای تازه آماده‌سازی شده مجدداً کالیبره شود. نمونه‌های هضم‌شده تحت این شرایط قابل اندازه‌گیری نیستند.

۱۴-۸-۳ اگر غلظت اندازه‌گیری شده نقره در نمونه CCV بیش از $\pm 5\%$ (آنالیز کمی) یا یک مقدار انتخاب شده دیگر (آنالیز کیفی) تغییر یافته باشد، CCV را دوباره آنالیز کنید. اگر غلظت CCV بیش از $\pm 5\%$ (یا مقدار انتخاب شده برای آنالیز کیفی) انحراف داشته باشد، آنالیز را به تعویق درآورید و طیف‌سنج را دوباره کالیبره کنید.

۱۴-۹ محلول‌های نمونه موردآزمون را به پلاسما بدمید و سه بار نقره را در m/z ۱۰۷ و m/z ۱۰۹ یا هر دو اندازه‌گیری کنید. محلول‌های کنترل کیفی CCB و CCV را با تواتر حداقل یک محلول به ازای هر ۱۰ نمونه موردآزمون (یا اگر کمتر از ۱۰ نمونه است حداقل ۱ در هر بهر) آنالیز کرده و از نتایج برای پایش عملکرد روش اجرایی آنالیز استفاده کنید. توصیه می‌شود که دقت سیگنال بهنجار شده استاندارد داخلی از انحراف معیار نسبی $3\% <$ فراتر نرود.

یادآوری - برای بیشتر فلزات، از جمله نقره، انحراف معیار نسبی سه بار اندازه‌گیری جرمی یک نمونه داده شده، اگر غلظت اندازه‌گیری شده بالاتر از MQL باشد، به‌طور کلی $2\% <$ خواهد بود.

۱۴-۹-۱ اگر غلظت اندازه‌گیری شده نقره در محلول CCB بالاتر از MDL (آنالیز کمی) یا کمینه غلظت ایجاد شده توسط آزمایشگاه (آنالیز کیفی) باشد، CCB را دوباره آنالیز کنید. اگر غلظت CCB بالاتر از حد منتخب است، اقدامات اصلاحی مانند شستشوی کامل سامانه ورود نمونه یا کالیبراسیون مجدد یا هر دو را انجام دهید.

۱۴-۹-۲ اگر غلظت اندازه‌گیری شده نقره در نمونه CCV بیش از $\pm 10\%$ تغییر یافته باشد، CCV را دوباره آنالیز کنید. اگر غلظت CCV همچنان بیش از $\pm 10\%$ انحراف داشته باشد، آنالیز را به حالت تعلیق درآورید و طیف‌سنج را دوباره کالیبره کنید. توصیه می‌شود هر محلول آزمون که در دوره‌ای که در آن تغییر حساسیت رخ داده، مورد آنالیز قرار گرفته است، دوباره آنالیز شود.

۱۴-۱۰ از محلول‌های شاهد واکنشگر آزمایشگاهی برای تعیین اینکه آیا نمونه‌ها از فعالیت‌های آزمایشگاهی آلوده شده‌اند، استفاده کنید. این محلول‌های شاهد را با تواتر سه محلول در هر ۲۰ نمونه یا کمینه سه محلول در هر دسته در صورت کمتر از ۲۰ نمونه، پردازش کنید.

۱۴-۱۱ محلول CCB و CCV را در انتهای هر دسته آنالیزی، آنالیز کنید.

۱۴-۱۲ اگر غلظت نقره در محلول نمونه آزمونی بالاتر از حد بالایی محدوده کالیبراسیون باشد، نمونه را با یک ضریب مناسب و در صورت لزوم تطبیق بستر، رقیق کرده و آنالیز را تکرار کنید (و کار را برای آن ضریب رقیق‌سازی تکرار کنید).

۱۵ محاسبات یا بیان نتایج

۱-۱۵ کسر جرمی نقره را در منسوج (کیلوگرم نقره به کیلوگرم منسوج) محاسبه کنید، میزان نقره اندازه‌گیری شده در محلول شاهد آزمون را به شرح زیر حساب کنید (برگرفته از روش آزمون مندرج در استاندارد ASTM D7439):

$$f = \frac{(C_{Ag1} \cdot V_1 \cdot F) - (C_{Ag0} \cdot V_0 \cdot F)}{m_{textile}} \quad (1)$$

که در آن:

$$\begin{aligned} f &= \text{کسر جرمی محاسبه شده از نقره در نمونه؛} \\ C_{Ag1} &= \text{غلظت نقره در محلول نمونه مورد آزمون؛} \\ F &= \text{ضریب رقیق‌سازی مورد استفاده (F = 1 در صورت عدم رقیق‌سازی)؛} \\ C_{Ag0} &= \text{میانگین غلظت نقره در محلول‌های شاهد آزمون؛} \\ V_0 &= \text{حجم محلول‌های شاهد آزمون؛} \\ m_{textile} &= \text{جرم نمونه منسوج خشک.} \end{aligned}$$

یادآوری - اگر غلظت نقره در محلول شاهد آزمون بالاتر از MQL و به طور متوسط بیش از ۵٪ غلظت اندازه‌گیری شده نقره در نمونه باشد، آزمونگر باید منبع نقره در واکنشگرها و طرح آماده‌سازی را بررسی و برای کاهش آلودگی اقدام کند. هنگامی که منبع آلودگی به ۵٪ ≤ از غلظت اندازه‌گیری شده نقره در نمونه کاهش یابد، باید آنالیز تکرار شود.

۱۶ گزارش

۱-۱۶ داده گزارش، حداقل شامل موارد زیر می‌شود:

۱-۱-۱۶ تاریخ و روش‌های به‌دست آوردن منسوج؛

۲-۱-۱۶ توصیف منسوج (سازنده، مدل، نوع لیف و ترکیب، وزن)؛

۳-۱-۱۶ شرایط انبارش یا استفاده از منسوج؛

۴-۱-۱۶ مدت زمان انبارش منسوج از جمع‌آوری تا اندازه‌گیری؛

۱۶-۱-۵ روش‌هایی که با آنها نمونه‌های نماینده و آزمون‌ها به‌دست آمد؛

۱۶-۱-۶ توصیف آزمون‌ها (ابعاد و جرم)؛

۱۶-۱-۷ توصیف دستگاه‌(های) ICP - ساخت و مدل؛

۱۶-۱-۸ اطلاعاتی در مورد روش‌های اجرایی آماده‌سازی نمونه مورد استفاده؛

۱۶-۱-۹ اطلاعاتی در مورد آمایش دستگاه^۱ ICP، تجهیزات مورد استفاده و تنظیمات؛

۱۶-۱-۱۰ بیان مناسبی از خلاصه آماری (در صورت کاربرد) و یکاهای اندازه‌گیری همراه (در صورت لزوم) برای نتایج

۱۶-۱-۱۱ تاریخ‌(های) اندازه‌گیری؛

۱۶-۱-۱۲ نتایج آنالیز نمونه؛

۱۶-۱-۱۳ هرگونه انحراف از روش‌های اجرایی یا سایر اطلاعاتی که مناسب تلقی می‌شود.

۱۷ دقت و اریبی

۱۷-۱ یک مطالعه بین‌آزمایشگاهی در حال انجام است که طبق استاندارد ASTM E691 انجام می‌شود. دقت پیش‌بینی شده برای این مواد تعیین می‌شود.

۱۷-۲ دقت - انحراف معیار تکرارپذیری پس از اتمام مطالعه بین آزمایشگاهی تعیین می‌شود. در یک آزمایشگاه، ذرات نقره فلزی از یک فروشنده تجاری تهیه (American) PN: AG-M-02M-MP.020UM, Elements, Los Angeles, CA) و اندازه آنها با میکروسکوپ الکترونی روبشی^۲ $0.28 \pm 1.03 \mu\text{m}$ تعیین شد. تعلیق‌های از این ذرات به‌صورت وزنی با استفاده از آب یون‌زدایی‌شده آماده‌سازی شد و روی آزمون‌های منسوج عاری از نقره‌ی از پیش‌وزن‌شده (به‌طور اسمی 1×10^{-4} kg تا 2×10^{-4} kg نقره، اسپایک و با ICP-OES (۵ عدد برای هر نوع منسوج $n =$) آنالیز شد. انحرافات استاندارد نسبی (ریون) $\pm 5.2\%$ ، (پنبه) $\pm 0.79\%$ (پلی استر) $\pm 8.3\%$ و (لیکرا) $\pm 12.0\%$ بود.

۱۷-۳ اریبی - به‌عنوان بخشی از همان مطالعه، اریبی از جرم اندازه‌گیری‌شده نقره و جرم مشخص در آزمایشگاه نمونه‌های اسپایک‌شده محاسبه شد. مقادیر اریبی: (ریون) $\pm 10.4\%$ ، (پنبه) $\pm 10.8\%$ ، (پلی استر) $\pm 7.5\%$ و (لیکرا) $\pm 2.2\%$ بود.

1- Instrumentation

2- Scanning Electron Microscopy

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

روش IDA ICP-MS برای تعیین مقدار نقره کل

الف-۱ هدف

الف-۱-۱ پیوست الف کمی‌سازی کسرجرمی نقره کل در منسوجات را با استفاده از رقیق‌سازی ایزوتوپی طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی (ID-ICP-MS) توصیف می‌کند.

الف-۲ مراجع

ASTM C1614 Practice for the Determination of 237Np, 232Th, 235U and 238U in Urine by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS) and Gamma Ray Spectrometry (Withdrawn 2015)

ASTM C1625 Test Method for Uranium and Plutonium Concentrations and Isotopic Abundances by Thermal Ionization Mass Spectrometry

الف-۳ اصطلاحگان

الف-۳-۱ تعاریف خاص برای این پیوست:

الف-۳-۱-۱

ایزوبار

isobar

یون‌های اتمی و مولکولی که دارای همان نسبت جرم به بار اسمی (m/z) هستند.

[منبع: برگرفته از ASTM C1614]

الف-۳-۱-۲

آنالیز رقیق‌سازی ایزوتوپی IDA

isotop dilution analysis, IDA

روش اولیه کمی‌سازی شیمیایی با استفاده از نسبت‌های ایزوتوپی اندازه‌گیری‌شده نمونه‌های اسپایک‌شده با وزن دقیق ایزوتوپ‌های جزئی غنی‌شده ایزوتوپی از سنجیدنی موردنظر به‌وسیله طیف‌سنجی جرمی است.

[منبع: برگرفته از ASTM C1614 و ASTM C1625]

الف-۳-۱

فراوانی نسبی

relative abundance

درصد یک ایزوتوپ خاص است. برای عناصری که بیش از یک ایزوتوپ دارند، جمع درصد ایزوتوپ‌های خاص باید تا ۱۰۰٪ اضافه شود.

الف-۳-۴

محلول اسپایک

spike solution

محلول تشکیل شده از سنجیدنی‌های موردنظر که در آن یکی از ایزوتوپ‌های نمونه (به‌طور معمول یک ایزوتوپ با فراوانی کم) از نظر ایزوتوپی به‌طور معمول به فراوانی نسبی $> 95\%$ غنی شده است.

الف-۴ خلاصه روش

الف-۴-۱ روش IDA براساس افزودن مقدار مشخصی محلول اسپایک، غنی شده ایزوتوپی در یک ایزوتوپ، در اینجا ^{109}Ag ، به نمونه حاوی ایزوتوپ‌های نقره با فراوانی طبیعی (^{107}Ag و ^{109}Ag) است. نمونه با هضمی که طی آن فرض بر این است که ایزوتوپ‌های نقره در اسپایک در تعادل با ایزوتوپ‌های نقره طبیعی نمونه هستند، کاملاً حل شده است. پس از دستیابی به تعادل، نسبت ایزوتوپی تغییر یافته کسر جرمی نقره را تعریف می‌کند. هدررفت بعدی نمونه، به‌عنوان مثال، رسوب‌دهی یا هدررفت در هنگام جداسازی شیمیایی، به‌طور نظری اندازه‌گیری کسری جرم را دچار اریبی نمی‌کند. مقدار ایزوتوپ اسپایک در محلول اسپایک با استفاده از استانداردهای سنجش اولیه در فرآیندی که آنالیز رقیق‌سازی ایزوتوپی معکوس است، کالیبره می‌شود.

الف-۵ اهمیت و استفاده

الف-۵-۱ اهمیت و استفاده از Ag - به بند ۵ مراجعه شود.

الف-۵-۲ اهمیت و استفاده از IDA ICP-MS - روش IDA مبتنی بر استفاده از استاندارد داخلی است که از نظر شیمیایی با سنجیدنی موردنظر یکسان است و از این طریق قادر به جبران دقیق هدررفت نمونه، تداخل غیرطبیعی و رانش سیگنال است. نسبت ایزوتوپی تشکیل شده با مخلوط شدن کامل استاندارد داخلی غنی شده ایزوتوپی (اسپایک) و ایزوتوپ‌های طبیعی نمونه را می‌توان با استفاده از ICP-MS با دقت 0.25% انحراف معیار نسبی یا بهتر اندازه‌گیری کرد. با توجه به این مزایا، IDA اغلب برای دستیابی به مقدار کمی ماده با بالاترین درستی استفاده می‌شود (به مراجع [1] و [11] کتاب‌نامه مراجعه شود).

الف-۶ تداخل در ICP-MS

الف-۶-۱ تداخل طیفی می‌تواند منبع اریبی در IDA ICP-MS باشد.

الف-۶-۱-۱ تداخلات ایزوباری می‌تواند ناشی از ایزوبارهای عنصری، یون‌های مولکولی که از خود نمونه در تلفیق با گازهای باقیمانده در طیف‌سنج جرمی ناشی می‌شوند و «یون‌های دارای چندبار»^۱ باشد. ایزوتوپ‌های نقره مشمول ایزوبارهای عنصری نیستند یا معمولاً با یون‌های دارای چندبار تداخل می‌کنند، باین‌حال در بسترهای شامل غلظت‌های بالایی از Zr, Nb, Mo, Y, Pd, Ga, Zn یا Cd یا ترکیبی از آن، تداخلات یون‌مولکولی می‌تواند ناشی از ترکیب با H, C, N, O, OH، و Ar باشد. برخی از مثال‌های تداخل یون‌مولکولی ممکن در ۱۰۹ m/z و ۱۰۷ m/z شامل $^{91}\text{Zr}^{16}\text{O}^+$ ، $^{90}\text{Zr}^{16}\text{OH}^+$ ، $^{12}\text{C}^{95}\text{Mo}^+$ ، $^{89}\text{Y}^{18}\text{O}^+$ ، $^{92}\text{Zr}^{16}\text{OH}^+$ ، $^{40}\text{Ar}^{69}\text{Ga}^+$ ، $^{93}\text{Nb}^{16}\text{O}^+$ و $^{92}\text{Mo}^{16}\text{OH}^+$ است (به منابع [12] و [13] کتاب‌نامه مراجعه شود).

الف-۶-۱-۲ تداخل‌های ایزوباری با مقایسه نسبت اندازه‌گیری شده $^{107}\text{Ag}/^{109}\text{Ag}$ در نمونه‌های اسپایک‌نشده به نسبت اندازه‌گیری شده $^{107}\text{Ag}/^{109}\text{Ag}$ در نمونه‌های نقره خالص قابل‌آشکارسازی است. اگر منبع(های) تداخل طیفی مشخص شود، می‌توان تصحیح را اعمال کرد به شرط اینکه خود تداخل دارای ایزوتوپ عاری از تداخل باشد.

الف-۶-۲ تداخل غیر طیفی

الف-۶-۲-۱ تداخل غیرطیفی می‌تواند از خاموشی یا تقویت سیگنال مربوط به بستر ناشی شود. در مورد IDA، تداخل غیرطیفی با استفاده از یک استاندارد داخلی (اسپایک) که از نظر شیمیایی با سنجیدنی یکسان است (یعنی همان تعداد الکترون و پروتون) جبران می‌شود.

یادآوری - به شرطی که تعادل به‌دست آمده باشد، تداخل‌های طیفی و غیرطیفی را می‌توان با جداسازی شیمیایی بدون اریبی هدررفت جزئی نمونه هنگام جداسازی حذف کرد.

الف-۷ تمایز جرمی/اریبی

الف-۷-۱ تمایز جرمی یا اریبی انحراف نسبت ایزوتوپی اندازه‌گیری شده از مقدار واقعی است. تمایز جرمی/اریبی در تمام طیف‌سنج‌های جرمی به دلیل تفاوت در بازدهی انتقال جرم رخ می‌دهد. نسبت‌های اندازه‌گیری شده برای اریبی جرمی با تعیین ضریب تصحیح اریبی جرمی، k_b اصلاح می‌شوند. ضریب تصحیح اریبی جرمی با تقسیم نسبت واقعی استاندارد ایزوتوپی به نسبت اندازه‌گیری شده در شرایط آزمون به صورت زیر تعیین می‌شود:

1- Multiply-Charged Ions

$$\text{mass bias correction factor } (k_b) = \frac{({}^{109}\text{Ag}/{}^{107}\text{Ag})_{\text{true}}}{({}^{109}\text{Ag}/{}^{107}\text{Ag})_{\text{measured}}} \quad (\text{الف-۱})$$

الف-۷-۲ استانداردهای ایزوتوپی را می‌توان از تولیدکنندگان مواد مرجع گواهی‌شده به‌دست آورد. استاندارد ایزوتوپی SRM 978a نمونه‌ای از یک استاندارد ایزوتوپی و خالص نقره است. از آنجا که ترکیب ایزوتوپی زمین-خاکی^۱ نقره به‌طور قابل‌توجهی متفاوت نیست، محلول آماده‌سازی‌شده از فلز نقره خالص یا نمک و ترکیب ایزوتوپی نماینده ذکرشده توسط آیوپاک (IUPAC)^۲ نیز می‌تواند استفاده شود (به مرجع [۱۴] کتاب‌نامه مراجعه شود).

الف-۷-۳ نسبت‌های اندازه‌گیری‌شده برای زمان مرده پیش از محاسبه k_b اصلاح می‌شوند.

الف-۸ زمان مرده

الف-۸-۱ دستگاه ICP-MS مجهز به سامانه‌های آشکارسازی شمارش تپی است که دارای فاصله‌ای هستند که زمان مرده نامیده می‌شوند و با نماد τ مشخص شده‌است که در آن الکترونیک شمارشگر قادر به شمارش تپ‌های پی‌درپی نیست. زمان مرده می‌تواند به‌صورت تجربی تعیین شود (به مرجع [1] کتاب‌نامه مراجعه شود). آهنگ شمارش اندازه‌گیری‌شده در شمارش بر ثانیه (CPS_{meas}) را می‌توان با استفاده از آهنگ شمارش واقعی ($\text{CPS}_{\text{actual}}$) که به‌طور تجربی تعیین‌شده تصحیح کرد:

$$\text{CPS}_{\text{actual}} \approx \frac{\text{CPS}_{\text{meas}}}{1 - \text{CPS}_{\text{meas}} \times \tau} \quad (\text{الف-۲})$$

الف-۸-۲ بیشتر برنامه‌های نرم‌افزاری ICP-MS به‌طور خودکار تصحیح زمان مرده را انجام می‌دهند. کارور باید دوره‌ای و به‌طور تجربی زمان مرده سامانه را تعیین کند تا از درستی تصحیح اطمینان حاصل شود. یادآوری- محدود کردن آهنگ شمارش اندازه‌گیری‌شده به کمتر از ۳۰۰۰۰۰ CPS با رقیق کردن نمونه باعث کاهش تأثیر تصحیح هر دوی زمان مرده و غیرخطی بودن آشکارساز می‌شود که غیرخطی بودن قابل‌تصحیح نیست.

الف-۹ دستگاه‌های موردنیاز

الف-۹-۱ به بند ۷ در متن اصلی و ملاحظات ذکرشده در زیر مراجعه شود.

1- Terrestrial

2- International Union of Pure and Applied Chemistry

الف-۹-۲ برای دستیابی به عدم قطعیت‌هایی که قابلیت‌های اندازه‌گیری نسبت ICP-MS و ناهمگنی مواد را محدود می‌کنند، از آماده‌سازی نمونه وزنی برای IDA استفاده می‌شود. ترازوی تجزیه‌ای مورد استفاده به کوچکترین جرم برای وزن کردن بستگی دارد. به‌عنوان مثال، جرم (۱۰ mg) 10^{-5} kg $\times 10^{-5}$ روی یک ترازوی تجزیه‌ای با خوانایی 10^{-7} kg باعث عدم قطعیت وزن‌سنجی ۱٪ نسبی می‌شود. استفاده از ترازوی تجزیه‌ای با خوانایی 10^{-8} kg این عدم قطعیت را به ۰٫۱٪ نسبی کاهش می‌دهد.

الف-۹-۳ از سرنگ‌های پلاستیکی درپوش‌دار برای به‌دست آوردن جرم اضافه‌شده به محلول اسپایک استفاده می‌شود. جرم دقیق با اختلاف جرم پیش و پس از اضافه شدن محلول اسپایک تعیین می‌شود. بطری‌های پلاستیکی درپوش‌دار، در آماده‌سازی وزن‌سنجی محلول‌های اسپایک‌کاری و استانداردهای سنجش استفاده می‌شود.

الف-۱۰ واکنشگرها و مواد

الف-۱۰-۱ به بند ۸ و موارد تکمیلی زیر مراجعه شود.

الف-۱۰-۲ محلول ^{109}Ag غنی‌شده ایزوتوپی ($> 99\%$) به جای محلول استاندارد داخلی که در زیربند ۴-۸ مشخص شده است) استفاده می‌شود.

یادآوری - مواد غنی‌شده ایزوتوپی از چندین تأمین‌کننده تجاری در دسترس هستند.

الف-۱۱ محلول‌ها

الف-۱۱-۱ محلول اسپایک

الف-۱۱-۱-۱ محلول اسپایک از ماده غنی‌شده ایزوتوپی ^{109}Ag آماده‌سازی می‌شود. این مواد به‌طور کلی به‌صورت پودر در مقادیر mg دریافت می‌شوند و باید با استفاده از اسید و آب خلوص بالای مناسب، در یک بالن کوارتزی تمیزشده با اسید یا بطری پلی‌تترافلورواتیلنی (تفلونی)، حل شوند.

الف-۱۱-۱-۲ محلول اسپایک ذخیره ساخته‌شده یا محلول اسپایکی که از آن آماده‌سازی شده باید در برابر یک استاندارد سنجش اولیه با استفاده از آنالیز رقیق‌سازی ایزوتوپی معکوس، کالیبره شود.

الف-۱۱-۱-۳ محلول اسپایک کاری را آماده کنید. بیش از 10^{-3} kg $\times 10^{-3}$ محلول اسپایک در آزمون لازم نیست تا ضمن دستیابی به نسبت اسپایک مناسب، اسیدهای هضم را رقیق نکند (به زیربند الف-۱۲-۲ مراجعه شود).

الف-۱۱-۲ استانداردهای سنجش اولیه

الف-۱۱-۲-۱ استانداردهای سنجش اولیه به صورت وزن سنجی از فلز نقره با خلوص سنجیده بالا (% >۹۹,۹۹۹) یا با رقیق سازی وزنی محلول استاندارد ذخیره با کسر جرمی نقره گواهی شده قابل ردیابی با استانداردهای اولیه از طریق مؤسسات ملی اندازه شناسی، آماده سازی می شود.

الف-۱۱-۲-۲ برای استانداردهای سنجش اولیه آماده سازی شده از فلز، یک قطعه $10^{-4} \text{ kg} \times 2,5$ از فلز با حک^۱ اسیدی تمیز شده، خشک می شود و با ترازوی با خوانایی $10^{-8} \text{ kg} \times 1,0$ وزن می شود. این فلز به صورت کمی حل می شود و با وزن سنجی رقیق می شود تا کسر جرمی مورد نظر به دست آید.

الف-۱۱-۲-۳ استانداردهای سنجش اولیه آماده سازی شده از یک محلول استاندارد، با استفاده از جرم های محلول متناسب با خوانایی ترازوی تجزیه ای مورد استفاده، به صورت وزن سنجی رقیق می شوند.

الف-۱۱-۳ محلول استاندارد ایزوتوپی - به زیربند الف-۷-۲ مراجعه شود.

الف-۱۱-۴ استانداردهای ایزوتوپی کاری - استاندارد ایزوتوپی کاری یکی از مخلوط های کالیبراسیون اسپایک (به زیر بند الف-۱۴ مراجعه شود) است که حجم آن برای چندین بار اجرا در توالی آنالیز کافی است. از آنجا که نسبت $^{109}\text{Ag}/^{107}\text{Ag}$ از محلول استاندارد ایزوتوپی و نمونه های اسپایک شده بسیار متفاوت است، هدف از استاندارد ایزوتوپی کار، کاهش همراهی است. استاندارد ایزوتوپی (زیربندهای الف-۱۱-۳ و الف-۷-۲) برای اندازه گیری ضریب تصحیح اریبی جرم در ابتدای توالی، آنالیز استفاده می شود. از این ضریب تصحیح اریبی جرم برای اصلاح نسبت استاندارد ایزوتوپی کاری که بلافاصله پس از آن اندازه گیری می شود استفاده می شود. استاندارد ایزوتوپی کاری یک نسبت ایزوتوپی دارد که شبیه به نمونه های اسپایک شده و مخلوط های کالیبراسیون است و در طول آنالیز برای تصحیح اریبی جرمی و هرگونه رانش بعدی دستگاهی، دوباره اندازه گیری می شود.

الف-۱۲ نمونه برداری و آزمونها

الف-۱۲-۱ به بند ۱۰ و ملاحظات ذکر شده در زیربند الف-۹-۱ مراجعه شود.

الف-۱۲-۲ اسپایک کردن

الف-۱۲-۲-۱ مهم است که نسبت ایزوتوپی تشکیل شده با اضافه کردن اسپایک و مخلوط کردن کامل بعدی با ایزوتوپ های طبیعی نمونه که در اینجا ترکیب نسبت R_b نامیده می شود، بهینه شود. اگر اسپایک خیلی کمی اضافه شود (نمونه «کم اسپایک^۲»)، R_b خیلی نزدیک به نسبت ایزوتوپی طبیعی نمونه خواهد بود؛ اگر

1 - Etch

2 - Underspiked

اسپایک زیادی اضافه شود، به نسبت اسپایک شده خالص نزدیک خواهد بود (نمونه «بیش اسپایک» است). این حالت در هر صورت، منجر به بزرگنمایی عدم قطعیت تسهیم شده به نتیجه کسر جرمی ناشی از عدم قطعیت در اندازه گیری نسبت می شود. نقره به ویژه به بزرگنمایی خطا حساس است زیرا فراوانی طبیعی ^{109}Ag ، 0.481608 (به مرجع [10] کتابنامه مراجعه شود) نزدیک به فراوانی طبیعی ^{107}Ag ، 0.518392 (به مرجع [10] کتابنامه مراجعه شود) است و در نتیجه به اندازه کافی اسپایک نیاز دارد تا بتواند فراوانی طبیعی $^{109}\text{Ag}/^{107}\text{Ag}=0.929042$ را تغییر دهد. اسپایک با فراوانی $^{109}\text{Ag}=0.995$ را در نظر بگیرید ($^{109}\text{Ag}/^{107}\text{Ag}=1.99$ ، $^{107}\text{Ag}=0.005$). از دیدگاه انتشار خطا، R_b بهینه در نزدیکی ۱۴ اتفاق می افتد. باین حال، یک نظر رقابتی قانع کننده این است که عدم قطعیت اندازه گیری نسبت (به دلیل شمارش آماره ها و تصحیح زمان مرده) افزایش می یابد، زیرا نسبت ها از عدد ۱، انحراف دارند.

الف-۱۲-۲-۲ برای در نظر گرفتن ملاحظات رقابتی با توجه به بهینه سازی R_b ، توصیه می شود نسبت نقره اسپایک به نقره موجود در نمونه بیشتر از $1/65$ برابر باشد. به عنوان مثال، توصیه می شود به ازای هر 1 mg از نقره در نمونه، $1/65 \text{ mg}$ از نقره به عنوان اسپایک، اضافه شود. این منجر به $R_b \approx 4$ و ضریب خطای چندگانه $1/3$ می شود.

الف-۱۲-۲-۳ مقدار R_b به صورت زیر محاسبه می شود:

$$R_b = \frac{N_x \times A_x^{109} + N_y \times A_y^{109}}{N_x \times A_x^{107} + N_y \times A_y^{107}} \quad (\text{الف-۳})$$

که در آن:

x	=	نمونه؛
y	=	اسپایک؛
N_x	=	تعداد مول نقره در نمونه؛
N_y	=	تعداد مول نقره در اسپایک؛
A_x^{109}	=	فراوانی طبیعی ^{109}Ag در نمونه؛
A_y^{109}	=	فراوانی طبیعی ^{109}Ag در اسپایک؛
A_x^{107}	=	فراوانی طبیعی ^{107}Ag در نمونه؛
A_y^{107}	=	فراوانی طبیعی ^{107}Ag در اسپایک است.

الف-۱۲-۲-۴ اگر دانش قبلی از محتوی تقریبی نقره نمونه موجود نباشد، آنالیز نیمه کمی پیش از IDA انجام می شود.

الف-۱۳ کالیبراسیون

الف-۱۳-۱ مقدار محتوی (mol/kg) نقره در محلول اسپایک با استفاده از استانداردهای اولیه نقره با طیف سنجی جرمی رقیق سازی ایزوتوپی معکوس، کالیبره می شود. مخلوط کالیبراسیون اسپایک همزمان با نمونه های آنالیزی آماده سازی شده و نسبت ایزوتوپی مشابه نمونه های آنالیزی دارد و رقیق می شود تا همان سرعت شمارش ICP-MS در نمونه های آنالیزی را تولید کنند.

الف ۱۳-۲ محلول های استاندارد کاری را به صورت وزنی با استفاده از استانداردهای سنجش از دو منبع مختلف آماده کنید. مقدار محتوی c_z (mol/kg Ag) هر استاندارد کاری را ثبت کنید.

الف ۱۳-۳ به چهار بطری به عنوان مخلوط کالیبراسیون اسپایک برچسب ۱ تا ۴ بزنید.

الف-۱۳-۴ با استفاده از سرنگ های پلاستیکی درپوش دار مقادیر مشخصی از محلول های استاندارد کاری (دو مقدار از هر دو محلول استاندارد کاری) با جرم مختلف به هر بطری (به زیربند الف-۹-۲ مراجعه شود) اضافه کنید و جرم را ثبت کنید. این جرم محلول استاندارد m_z است.

الف-۱۳-۵ با استفاده از یک سرنگ پلاستیکی درپوش دار، مقدار مشخصی از محلول اسپایک کاری را به هر بطری بر حسب اختلاف جرم اضافه کنید. این جرم محلول اسپایک m_y است.

یادآوری- توصیه می شود جرم محلول اسپایک اضافه شده به گونه ای تثبیت شود که مطابق زیربند الف ۱۳-۲ مقدار نقره از اسپایک شده $1/65 \approx$ برابر نقره استاندارد باشد.

الف-۱۳-۶ درب بطری ها را ببندید و خوب مخلوط کنید تا چهار مخلوط کالیبراسیون اسپایک هر کدام با نسبت، R_b ، تشکیل شود.

الف-۱۳-۷ مخلوط کالیبراسیون اسپایک را رقیق کنید طوری که آهنگ شمارش ^{109}Ag زیر 300000 CPS شود.

الف-۱۳-۸ مقدار R_b' را با استفاده از ICP-MS اندازه گیری کنید و اطمینان حاصل کنید نسبت های شدت برای زمان مرده و اریبی جرمی اصلاح می شوند.

الف-۱۳-۹ مقدار محتوی c_y (mol/Kg Ag) محلول اسپایک را محاسبه کنید:

$$c_y = \frac{c_z \times m_z}{m_y} \times \left(\frac{(R_b' \times A_z^{107} - A_z^{109})}{(A_y^{109} - R_b' \times A_y^{107})} \right) \quad (\text{الف-۴})$$

که در آن:

$$z = \text{محلول استاندارد؛}$$

$$y = \text{اسپایک؛}$$

$$c_z = \text{mol/kg نقره در محلول استاندارد کاری؛}$$

$$m_z = \text{جرم محلول استاندارد کاری؛}$$

$$m_y = \text{جرم محلول اسپایک کاری؛}$$

$$R_b' = \text{نسبت } ^{109}\text{Ag}/^{107}\text{Ag} \text{ اندازه‌گیری شده مخلوط کالیبراسیون اسپایک تصحیح شده برای زمان مرده و اریبی جرمی؛}$$

$$A_z^{107} = \text{فراوانی طبیعی } ^{107}\text{Ag} \text{ در استاندارد؛}$$

$$A_z^{109} = \text{فراوانی طبیعی } ^{109}\text{Ag} \text{ در استاندارد؛}$$

$$A_y^{109} = \text{فراوانی } ^{109}\text{Ag} \text{ در اسپایک؛}$$

$$A_y^{107} = \text{فراوانی } ^{107}\text{Ag} \text{ در اسپایک، است.}$$

یادآوری ۱- از آنجایی که ترکیب ایزوتوپی زمین-خاکی نقره به طور قابل توجهی متفاوت نیست، ترکیب ایزوتوپی نماینده ذکر شده توسط آیوپاک (به مرجع [۱۴] کتاب‌نامه مراجعه شود) برای A_z^{107} و A_z^{109} استفاده می‌شود.

یادآوری ۲- برای کمینه ساختن عدم قطعیت در تصحیح اریبی جرمی، مخلوط‌های کالیبراسیون اسپایک و مخلوط‌های نمونه تحت شرایط دستگاهی مشابه در همان توالی آنالیزی، اندازه‌گیری می‌شود، به بند الف-۱۶ مراجعه شود.

الف-۱۴ روش اجرایی برای محلول‌های شاهد آزمون و نمونه‌ها

الف-۱۴-۱ از ترازوی تجزیه‌ای کالیبره شده مناسب برای اندازه‌گیری جرم هر آزمون و موارد مناسب صحه‌گذاری روش استفاده کنید و نمونه‌ها را در ظرف‌های هضم قرار دهید.

الف-۱۴-۲ با استفاده از یک سرنگ پلاستیکی درپوش دار، به هر نمونه براساس تفاوت جرم، مقدار مشخصی از محلول اسپایک کاری اضافه کنید. این جرم محلول اسپایک m_y است.

یادآوری - توصیه می‌شود جرم محلول اسپایک اضافه شده به گونه‌ای تثبیت شود که مطابق زیربند الف-۱۳-۲ مقدار نقره از اسپایک حدود ۱٫۶۵ برابر نقره استاندارد باشد، باین حال توصیه می‌شود بیش از 1×10^{-3} kg از محلول اسپایک اضافه نشود تا اسیدهای هضم رقیق نشود. به این ترتیب، توصیه می‌شود کسر جرمی از محلول اسپایک کاری در شروع آزمون براساس دانش قبلی از محتوی تقریبی نقره یا آنالیز نیمه کمی تثبیت شود.

الف-۱۴-۳ محلول‌های شاهد آزمون را با اضافه کردن بخش کوچکی از محلول اسپایک به ظرف هضم تمیز آماده کنید.

یادآوری - معمولاً برای شاهد آزمون از مقدار محلول اسپایک ۱۰۰ برابر کمتر از محلول اسپایک اضافه شده به نمونه‌ها، استفاده می‌شود. محلول شاهد آزمون «بیش اسپایک» خواهد بود.

الف-۱۴-۴ اسیدهای هضم را به کناره‌های ظرف‌های هضم برای نمونه‌ها و محلول‌های شاهد آزمون اضافه کنید و توجه کنید که هیچ محلول اسپایکی با پاشیدن از بین نرود.

الف-۱۴-۵ نمونه‌ها را هضم کنید، محلول‌های شاهد آزمون به صورت مشابه با استفاده از روش‌های مشخص شده در بالا یا پیوست با هدف دستیابی به هضم کامل در نقطه‌ای از فرآیند هضم برای تکمیل مخلوط شدن نمونه‌ها و ایزوتوپ‌های اسپایک و تشکیل نسبت اختلاط R_b ، عمل‌آوری می‌شوند. هضم در دماهای بالا و تحت شرایط اکسایش کافی به دست می‌آید، اگر نقره کافی در محلول برای ایجاد سیگنال کافی برای اندازه‌گیری R_b باقی بماند، رسوب‌دهی بعدی با سرد شدن نمونه، اریبی در نتایج کسر جرمی ایجاد نخواهد کرد. به این ترتیب، روش‌های هضم تر امکان ساختاریندی دیداری ساده‌تر برای تکمیل هضم در طول فرآیند هضم را فراهم می‌کند اما روش‌های میکروویو امکان دماها و فشارهای هضم بالاتر که هدف هضم است را فراهم می‌کند. اگر پس از میکروویو رسوبی وجود داشته باشد، مراحل باید برای رسیدن به انحلال کامل رسوب برای اطمینان از مخلوط شدن با محلول روماند یا انحلال یک بخش کوچک از رسوب و تایید این که R_b اندازه‌گیری شده در رسوب مجدداً هضم شده، مشابه R_b اندازه‌گیری شده در محلول روماند است، ادامه یابد.

الف-۱۴-۶ نمونه‌ها و محلول‌های شاهد آزمون را رقیق کنید تا آهنگ شمارش برای ^{109}Ag زیر CPS ۳۰۰۰۰۰ شود.

یادآوری - در این مرحله رقیق‌سازی‌های کمی مورد نیاز نیست.

الف-۱۵ اندازه‌گیری ICP-MS

الف-۱۵-۱ دستگاه را براساس مشخصات سازنده برای رسیدن به کمترین اکسیدها و گونه‌های بار دوگانه با در نظر گرفتن بالاترین شدت سیگنال برای نقره میزان‌سازی کنید.

الف-۱۵-۲ اندازه‌گیری‌ها در حالت پیوسته با استفاده از جمع‌آوری داده پرش پیک (قله) با ۱ نقطه برای هر پیک انجام دهید.

الف-۱۵-۲-۱ هر کدام از m/z ۱۰۷ و m/z ۱۰۹ در زمان‌های ماند ۱۰ میلی ثانیه اندازه‌گیری می‌شود.

الف-۱۵-۲-۲ حداقل ۵ بلوک داده، هر کدام با طول ۱ دقیقه برای هر نمونه لازم است.

الف-۱۵-۲-۳ میانگین نسبت شدت $^{109}\text{Ag}/^{107}\text{Ag}$ اصلاح شده برای محاسبات زمان‌مردده و اریبی جرمی، استفاده می‌شود.

الف-۱۵-۲-۴ توالی آنالیز ICP-MS زیر استفاده می‌شود: محلول نیتریک اسید رقیق v/v ۲٪، محلول‌های شاهد آزمون، استاندارد ایزوتوپی، تکرار استاندارد ایزوتوپی، استاندارد ایزوتوپی کاری، تکرار استاندارد ایزوتوپی کاری، مخلوط‌های کالیبراسیون اسپایک ۱ تا ۴، نمونه‌ها و مواد صحت‌گذاری روش و تکرار مخلوط‌های کالیبراسیون اسپایک ۱ تا ۴. استاندارد ایزوتوپی کاری هر سه تا چهار نمونه اندازه‌گیری شود و برای تصحیح رانش دستگاهی با فرض یک رانش خطی با زمان استفاده شود.

از محلول شستشو، زمان شستشو و آهنگ شستشوی مناسب بین هر اندازه‌گیری استفاده کنید تا اطمینان حاصل شود که هیچگونه همراهی قابل توجهی بین اندازه‌گیری‌ها وجود ندارد. توصیه می‌شود محلول شستشو ترکیب مشابهی با محلول نمونه (۲٪ v/v نیتریک اسید رقیق) داشته باشد.

الف-۱۶ محاسبه نتایج

الف-۱۶-۱ غلظت نقره در آزمون (c_x) را می‌توان به صورت زیر محاسبه کرد (به منبع [11] کتاب‌نامه مراجعه شود):

$$c_x = \left[c_y \times m_y \times \left(\frac{(A_y^{109} - R_b \times A_y^{107})}{(R_b \times A_z^{107} - A_z^{109})} \right) - Blk \right] \times \frac{At. Wt.}{m_x} \quad (\text{الف-۵})$$

که در آن:

c _x	=	کسر جرمی نقره در نمونه (برحسب g/kg)؛
c _y	=	مقدار محتوی نقره در محلول اسپایک کاری برحسب mol/kg (میانگین چهار مخلوط کالیبراسیون اسپایک از زیربند ۱-۱۴-۸)؛
m _x	=	جرم نمونه / آزمون،
m _y	=	جرم محلول اسپایک کاری اضافه‌شده؛
A _y ¹⁰⁹	=	فراوانی ¹⁰⁹ Ag در اسپایک؛
A _y ¹⁰⁷	=	فراوانی ¹⁰⁷ Ag در اسپایک؛
R _b	=	نسبت ¹⁰⁹ Ag/ ¹⁰⁷ Ag در نمونه مخلوط؛
A _x ¹⁰⁷	=	فراوانی طبیعی ¹⁰⁷ Ag در استاندارد؛
A _x ¹⁰⁹	=	فراوانی طبیعی ¹⁰⁹ Ag در استاندارد؛
Blk	=	شاهد روش اجرایی در مول، نقره، و
Wt	=	وزن اتمی نقره است.

یادآوری-مول‌های نقره در شاهد با استفاده از معادله بالا (بدون At.Wt و m_x) و با کم کردن نسبت ¹⁰⁹Ag/¹⁰⁷Ag اندازه‌گیری شده در محلول‌های شاهد آزمون برای R_b محاسبه می‌شوند.

پیوست ب

(آگاهی‌دهنده)

روش اجرایی خاکسترسازی خشک

جدول ب-۱ پارامترهای خاکسترسازی خشک برای الیاف طبیعی و ساخته‌شده

مرجع	مورد	زمان (دقیقه)	دما (°C)	منسوج
				طبیعی
[16]	نمونه پارچه	۱۸۰	۶۰۰	پنبه
[17]	نمونه پارچه	۱۲۰	۶۵۰	پشم
				ساخته‌شده
[2]	زخم‌پوش	۳۰/۶۰/۶۰	۶۵۰/۴۰۰/۲۰۰	پلی‌استر
				مخلوط
[2]	زخم‌پوش	۳۰/۶۰/۶۰	۶۵۰/۴۰۰/۲۰۰	ریون/نایلون

ب-۱ جدول ب-۱، پارامترهای گزارش‌شده در منابع برای خاکسترسازی خشک بسترهای منسوج مختلف پیش از هضم اسیدی برای تعیین نقره کل با آنالیز ICP خلاصه شده‌است.

یادآوری - نقطه جوش نقره نیترات °C ۴۴۰ است. اگر نقره در نمونه یا بازیابی اسپایک به این شکل باشد، ممکن است برای دمای خاکسترسازی بالای °C ۴۰۰ بازیابی کم شود.

پیوست پ

(آگاهی‌دهنده)

روش اجرایی هضم اسیدی با کمک میکروویو

پ-۱ پارامترهای گزارش شده در منابع برای هضم اسیدی با کمک میکروویو بسترهای منسوج مختلف، پیش از هضم اسیدی برای تعیین نقره کل با آنالیز ICP در جدول پ-۱ خلاصه شده است.

جدول پ-۱- پارامترهای هضم اسیدی با کمک میکروویو برای الیاف طبیعی و ساخته شده

مرجع	مورد	ترتیب برنامه		واکنشگرها	منسوج
		توان (W) / دما (°C) / زمان (دقیقه)			
					طبیعی
[2]	زخم‌پوش	تا ۱۵/۲۰۰/۱۰۰۰، ۵/۱۸۰/--، ۱۰/۱۶۰/--		۲ mL H ₂ O ₂ + ۸ mL HNO ₃	سلولز
[2]	زخم‌پوش	تا ۱۵/۲۰۰/۱۰۰۰، ۵/۱۸۰/--، ۱۰/۱۶۰/--		۲ mL H ₂ O ₂ + ۸ mL HNO ₃	سلولز
[18]	نمونه پارچه	۲۰/۲۰۰/۳۵۰، ۱۵/۱۸۰/۳۰۰، ۵/۱۵۰/۲۵۰		۸ mL ۷ M HNO ₃	پنبه
[16]	نمونه پارچه	۵/--/۶۰۰ W، ۵/--/۴۰۰، ۵/--/۲۵۰		۵ mL ۱۴/۴ M HNO ₃	پنبه
[18]	نمونه پارچه	۲۰/۲۰۰/۳۵۰ W، ۱۵/۱۸۰/۳۰۰، ۵/۱۵۰/۲۵۰		۸ mL ۷ M HNO ₃	کتان
[18]	نمونه پارچه	۲۰/۲۰۰/۳۵۰ W، ۱۵/۱۸۰/۳۰۰، ۵/۱۵۰/۲۵۰		۸ mL ۷ M HNO ₃	ابریشم
[18]	نمونه پارچه	۲۰/۲۰۰/۳۵۰ W، ۱۵/۱۸۰/۳۰۰، ۵/۱۵۰/۲۵۰		۸ mL ۷ M HNO ₃	پشم
					ساخته شده
[19]	لباس زیر	۲۰/۲۲۰/۹۰۰ W، ۵/۱۸۰/۹۰۰، ۱۲/۱۲۰/۶۰۰		۲ mL HNO ₃ + ۲ mL H ₂ O	پلی آمید
[18]	نمونه پارچه	۲۰/۲۰۰/۳۵۰ W، ۱۵/۱۸۰/۳۰۰، ۵/۱۵۰/۲۵۰		۸ mL ۷ M HNO ₃	پلی استر
[2]	زخم‌پوش	۱۵۰۰ W تا ۵۰/۲۰۰/، ۱۵۰۰ W تا ۱۰/۲۰۰/		مرحله اول ۸ mL HNO ₃	پلی استر
		۱۵۰۰ W تا ۵۰/۲۰۰/، ۱۵۰۰ W تا ۱۰/۲۰۰/		مرحله دوم ۲ mL H ₂ O ₂ +	
[2]	نمونه پارچه	۱۵۰۰ W تا ۱۵/۲۰۰/، ۵/۱۸۰/--، ۱۰/۱۶۰/--		۱ mL H ₂ O ₂ + ۹ mL HNO ₃	پلی استر
[2]	نمونه پارچه	۱۵۰۰ W تا ۵/۲۰۰/، ۵/۱۸۰/--، ۱۰/۱۶۰/--		۱ mL H ₂ O ₂ + ۹ mL HNO ₃	پلی اورتان
					مخلوط
[18]	نمونه پارچه	۲۰/۲۰۰/۳۵۰ W، ۱۵/۱۸۰/۳۰۰، ۵/۱۵۰/۲۵۰		۸ mL ۷ M HNO ₃	ویسکوز / پلی استر
[2]	زخم‌پوش	بدون کاربرد/بدون حرارت/ ۱۲۰		مرحله اول ۲ mL H ₂ O ₂	ریون/نایلون
		۱۰/۲۰۰/--، ۵۰/۲۰۰/--		مرحله دوم ۸ mL HNO ₃ +	
					زئولیت
[20]	زئولیت توده	--/۲۱۰/۱۶۰۰ W		۱۰۰٪ HNO ₃	Ag ⁺ -Si:Al

کتابنامه

- [1] Watters, Jr., R. L., Eberhardt, K. R., Beary, E. S., and Fassett, J. D., "Protocol for Isotope Dilution using Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS) for the Determination of Inorganic Elements," *Metrologia*, Vol 34, 1997, pp. 87—96.
- [2] Roman, M., Rigo, C., Munivrana, I., Vindigni, V., Azzena, B., Barbante, C., Fenzi, F., Guerriero, P., and Cairns, W. R. L., "Development and Application of Methods for the Determination of Silver in Polymeric Dressings used for the Care of Burns," *Talanta*, Vol 115, 2013, pp. 94—103.
- [3] Nowack, B., Krug, H. F., and Height, M., "120 Years of Nanosilver History: Implications for Policy Makers," *Environmental Science and Technology*, Vol 45, 2011, pp. 1177—1183.
- [4] Polívková, M., Hubáček, T., Stasze, M., Švorčík, V., and Siegel, J., "Antimicrobial Treatment of Polymeric Medical Devices by Silver Nanomaterials and Related Technology," *International Journal of Molecular Sciences*, Vol 18, 2017, Article ID 419.
- [5] Levard, C., Reinsch, B. C., Michel, F.M., Oumahi, C., Lowry, G.V., and Brown, Jr, G. E., "Effect of Chloride on the Dissolution Rate of Silver Nanoparticles and Toxicity to *E. coli*," *Environmental Science and Technology*, Vol 47, 2013, pp. 5738—5745.
- [6] Luther, G. W., and Rickard, D. T., "Metal Sulfide Cluster Complexes and their Biogeochemical Importance in the Environment," *Journal of Nanoparticle Research*, Vol 7, 2005, pp. 389—407.
- [7] U.S. Environmental Protection Agency (EPA), Method 200.8: Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry, Revision 5.4. EPA, 1996.
- [8] U.S. Environmental Protection Agency (EPA), Test Methods for Evaluating Solid Waste: Physical/Chemical Methods (SW-846), Method 3050B: Acid Digestion of Sediments, Sludges, and Soils, Revision 2/Method 6010C: Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry. EPA, 1996.
- [9] Deschênes, G., Rajala J., Pratt A .R., Guo H., Fulton M., and Mortazavi S., "Advances in Cyanidation of Silver," *Minerals & Metallurgical Processing*, Vol 28, 2011, pp. 37—43.
- [10] Deutsch, J. L., and Dreisinger D. B., "Silver Sulfide Leaching with Thiosulfate in the Presence of Additives Part II: Ferric complexes and the Application to Silver Sulfide Ore," *Hydrometallurgy*, Vol 137, 2013, pp. 165—172.
- [11] Fassett, J. D., and Paulsen, P. J., "Isotope Dilution Mass Spectrometry for Accurate Elemental Analysis," *Analytical Chemistry*, Vol 61, 1989, pp. 643A—649A.
- [12] Yang, L., and Sturgeon R. E., "On-line Determination of Silver in Sea-Water and Marine Sediment by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry," *Journal of Analytical and Atomic Spectrometry*, Vol 17, 2002, pp. 88—93.
- [13] Guo, W., Hu S., Zhang J., and Zhang H., "Elimination of Oxide Interferences and Determination of Ultra-Trace Silver in Soils by ICP-MS with Ion—Molecule Reactions," *Science of the Total Environment*, Vol 409, 2011, pp. 2981—2986.

- [14] Berglund, M., and Wieser, M. E., “Isotopic Compositions of the Elements 2009 (IUPAC Technical Report),” *Pure and Applied Chemistry*, Vol 83, 2011, pp. 397—410.
- [15] Heumann, K.G., “Isotope Dilution Mass Spectrometry of the Elements”, *Mass Spectrometry Reviews*, Vol 11, 1992, pp. 41-67.
- [16] Kulthong, K., Srisung, S., Boonpavanitchakul, K., Kangwansupamonkon, W., and Maniratanachote, R., “Determination of Silver Nanoparticle Release from Antibacterial Fabrics into Artificial Sweat,” *Particle & Fibre Toxicology*, Vol 7, 2010.
- [17] Barani, H., Montazera, M., Samadi, N., and Toliyat, T., “In Situ Synthesis of Nano Silver/Lecithin on Wool: Enhancing Nanoparticles,” *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, Vol 92, 2012, pp. 9—15
- [18] Rezic, I., and Steffan, I., “ICP-OES Determination of Metals Present in Textile Materials,” *Microchemical Journal*, Vol 85, 2007, pp.46—51.
- [19] Matosa, E., and Cadore, S., “Determination of Inorganic Contaminants in Polyamide Textiles used for Manufacturing Sport T-Shirts,” *Talanta*, Vol 88, 2012, pp. 496—501.
- [20] Demirci, S., Ustaoglu, Z., Yilmazer, G. A., Sahin, F., and Baç, N. “Antimicrobial Properties of Zeolite-X and Zeolite-A Ion-Exchanged with Silver, Copper, and Zinc against a Broad Range of Microorganisms,” *Applied Biochemistry and Biotechnology*, Vol 172, 2014, pp. 1652—1662.