

INSO

۸۷۶۴

1st. Revision

2015



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۸۷۶۴

تجدیدنظر اول

۱۳۹۳

**اندازه‌گیری مقدار گوگرد سوخت‌های خودرو
به روش فلورسانس فرابنفش**

**Determination of sulfur content of
automotive fuels by ultraviolet
fluorescence method**

ICS:75.160.20,75.160.30

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

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

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

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

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

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

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
«اندازه‌گیری مقدار گوگرد سوخت‌های خودرو به روش فلورسانس فرابنفش»
(تجدیدنظر اول)

رئیس:

رضایی نژاد، رامش
(فوق لیسانس شیمی)

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدنژاد ، سید عبدالوهاب
(لیسانس مهندسی نفت)

جمشیدیان، مجید
(فوق لیسانس مهندسی نفت)

حموله، طوبی
(دکتری شیمی)

خوشنام، فرزانه
(دکتری شیمی)

رشیدی، حامد
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

شهری، داوود
(فوق لیسانس)

مهرمولا، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

کارشناس ارشد دانشکده نفت اهواز

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

کارشناس دانشگاه صنعت نفت

هیئت علمی دانشگاه صنعت نفت

معاون استانداردسازی و آموزش اداره کل
استاندارد خوزستان

کارشناس ارشد دانشگاه صنعت نفت

سرپرست سرویس آزمایشگاه پتروشیمی
بوعلی سینا

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصول آزمون
۳	۴ مواد و/ یا واکنشگرها
۵	۵ وسایل
۷	۶ نمونه برداری
۸	۷ آماده سازی دستگاه
۸	۸ تأیید و کالیبراسیون دستگاه
۱۱	۹ روش انجام آزمون
۱۲	۱۰ محاسبات
۱۴	۱۱ بیان نتایج
۱۴	۱۲ دقت
۱۵	۱۳ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری مقدار گوگرد سوخت‌های خودرو به روش فلورسانس فرابنفش " نخستین بار در سال ۱۳۸۵ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در پنجاه و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۱۷ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۸۷۶۴: سال ۱۳۸۵ است.

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

ISO 20846:2011(E), Determination of sulfur content of automotive fuels - Ultraviolet fluorescence method

اندازه‌گیری مقدار گوگرد سوخت‌های خودرو به روش فلورسانس فرابنفش

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین قابلیت اجرای محدودیت‌ها قبل از استفاده بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار گوگرد سوخت خودرو است. این استاندارد برای اندازه‌گیری مقدار گوگرد بنزین موتور، تا غلظت 37% (جرمی/جرمی) اکسیژن (در مخلوط‌هایی که اتانول آنها تا 10% (حجمی/حجمی) است)، و سوخت‌های دیزل، که حاوی متیل استر اسید چرب (FAME)^۱ تا 10% (حجمی/حجمی)، که مقدار گوگرد آنها در محدوده 3 mg/kg تا 500 mg/kg است، به روش فلورسانس فرابنفش کاربرد دارد. محصولات دیگر و مقادیر گوگرد دیگر می‌توانند با این استاندارد آزمون شوند، هرچند که، برای محصولات دیگری غیر از سوخت خودرو و نتایج خارج از محدوده مشخص شده برای این استاندارد، داده دقت وجود ندارد. در این روش آزمون هالوژن‌های با غلظت تقریبی بالای 3500 mg/kg مزاحمت ایجاد می‌کنند.

یادآوری ۱- برخی از کاتالیزورهای فرآیند مورد استفاده در پالایش نفت و مواد شیمیایی، می‌توانند توسط مقادیر بسیار کم مواد گوگرد دار موجود در مواد اولیه، مسموم شوند.

یادآوری ۲- این استاندارد را برای تعیین گوگرد خوراک‌های فرایند و همچنین برای کنترل گوگرد جریان‌های طی فرآیند، می‌توان به کار برد.

یادآوری ۳- در این استاندارد، عبارات " m/m " و " v/v " به ترتیب برای نشان دادن کسر جرمی و کسر حجمی مواد استفاده می‌شوند.

یادآوری ۴- ضریب تبدیل گونه سولفات موجود در اتانول با گوگرد آلی موجود در اتانول متفاوت است. با این وجود سولفات یک ضریب تبدیل نزدیک به گوگرد آلی دارد.

یادآوری ۵- بهتر است که مزاحمت نیتروژن، به ویژه هنگامی که مقدار گوگرد در مخلوط دیزل و تقویت‌کننده ستان که حاوی نیتروژن است اندازه‌گیری می‌شود، بررسی و محاسبه شود. برای مثال، در سوخت دیزلی که آلکیل نیترات مثلاً ۲- اتیل هگزیل نیترات (EHN)^۲ با غلظت 2000 mg/kg به عنوان تقویت کننده ستان به سوخت دیزل حاوی 10 mg/kg گوگرد اضافه گردیده، افزایشی در محدوده ۰ تا 17 mg/kg در آن مشاهده شده است.

۲ مراجع الزامی

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

1- Fatty Acid Methylester
2- Ethyl Hexyl Nitrate

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی
۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰، شیشه آلات آزمایشگاهی - بالن‌های حجم‌سنجی با یک خط نشانه-ویژگی‌ها

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۷۳۱، فرآورده‌های نفتی - تعیین و کاربرد داده‌های دقت - روش‌های آزمون

2-3 ISO 3171, Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling

2-4 ISO 3675, Crude petroleum and liquid petroleum products — Laboratory determination of density — Hydrometer method¹

2-5 ISO 12185, Crude petroleum and petroleum products — Determination of density — Oscillating U-tube method

2-6 ISO 91-1, Petroleum measurement tables - Part 1: Tables based on reference temperatures of 15 degrees C and 60 degrees F

۳ اصول آزمون

نمونه هیدروکربنی، به یک آشکارساز فلورسانس فرابنفش تزریق می‌شود. نمونه وارد یک لوله احتراق با دمای بالا (1000°C تا 1100°C) می‌شود که در آن گوگرد در یک جو غنی از اکسیژن به گوگرد دی‌اکسید (SO_2) اکسید می‌شود. آب تولید شده در طی احتراق، از نمونه حذف شده و گازهای احتراق نمونه در معرض نور UV قرار می‌گیرند. گاز SO_2 از نور UV انرژی جذب کرده و به گوگرد دی‌اکسید برانگیخته (SO_2^*) تبدیل می‌شود. فلورسانس نشر شده از SO_2^* برانگیخته به حالت پایه، شناسایی و توسط یک فتومولتی پلایر تقویت شده و به عنوان معیاری از میزان گوگرد نمونه اندازه‌گیری می‌شود.

۴ مواد و / یا واکنشگرها

در تمامی آزمون‌ها به جز در موارد ذکر شده، باید از موادشیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده شود. درجات دیگر ممکن است استفاده شوند، به شرط آن‌که اول مشخص شود که خلوص واکنشگر به اندازه کافی بالا بوده و استفاده از آن موجب کاهش درستی اندازه‌گیری نمی‌شود.

۱-۴ گاز بی اثر، آرگون یا هلیوم، با خلوص بالا و حداقل درجه خلوص ۹۹/۹۹۸٪ (حجمی/حجمی)

۲-۴ اکسیژن، با خلوص بالا و حداقل درجه خلوص ۹۹/۷۵٪ (حجمی/حجمی)

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۷ جهت بهره‌برداری موجود است.

هشدار-این گازها به شدت قابل احتراق هستند.

۳-۴ حلال

۳-۴-۱ کلیات

یکی از حلال‌های بندهای ۲-۳-۴، ۳-۳-۴ یا حلال مشابه آنچه که ممکن است در نمونه یافت شود، استفاده گردد. سهم گوگرد موجود در حلال‌هایی که برای تهیه محلول‌های کالیبراسیون و یا رقیق‌سازی استفاده می‌شوند، را تصحیح کنید. در صورت استفاده از یک حلال با آلودگی گوگرد ناچیز (غیر قابل تشخیص) نسبت به نمونه مجهول، تصحیح توسط شاهد ضروری نیست.

۲-۳-۴ تولوئن، با درجه خلوص واکنشگر

۳-۳-۴ ایزو اکتان، با درجه خلوص واکنشگر

هشدار-این حلال‌ها قابل اشتعال هستند.

۴-۴ ترکیبات گوگرددار

۱-۴-۴ کلیات

ترکیبات با درجه خلوص حداقل ۹۹٪ (جرمی/جرمی) استفاده می‌شوند، ترکیبات در بندهای ۲-۴-۴ تا ۴-۴-۴ ارائه شده است، چنانچه خلوص ترکیبات کمتر از ۹۹٪ (جرمی/جرمی) باشد غلظت و ماهیت تمام ناخالصی‌ها باید مشخص باشد.

یادآوری-وقتی مقدار گوگرد به درستی معلوم باشد، می‌توان تصحیحی برای ناخالصی‌های شیمیایی اعمال کرد. مواد مرجع گواهی شده (CRM)^۱ که توسط مراکز معتبر عرضه می‌شوند، جایگزین مناسبی برای ترکیبات ذکر شده در بندهای ۲-۴-۴ تا ۴-۴-۴ به شمار می‌روند.

۲-۴-۴ دی بنزوتیوفن (DBT)^۲، با جرم مولکولی ۱۸۴٫۲۶، و دارای مقدار گوگرد ۱۷٫۳۹۹٪ (جرمی/جرمی)

۳-۴-۴ دی بوتیل سولفید (DBS)^۳، با جرم مولکولی ۱۴۶٫۲۹، دارای مقدار گوگرد ۲۱٫۹۱۵٪ (جرمی/جرمی)

۴-۴-۴ تیونفتن (بنزو تیوفن) (TNA)^۴، با جرم مولکولی ۱۳۴٫۲۰، و مقدار گوگرد ۲۳٫۸۹۰٪ (جرمی/جرمی)

۵-۴ محلول ذخیره^۵ گوگرد

یک محلول ذخیره گوگرد با مقدار تقریبی ۱۰۰۰ mg/l گوگرد، با توزین درست مقدار مناسبی از ترکیبات گوگرد ذکر شده در بند ۴-۴، در یک بالن حجم سنجی (بند ۵-۹) تهیه کنید.

از انحلال کامل آن در حلال (بند ۳-۴) اطمینان حاصل کنید. غلظت دقیق گوگرد را در محلول ذخیره با تقریب ۱ mg/l محاسبه کنید. این محلول ذخیره برای تهیه محلول‌های استاندارد کالیبراسیون به کار می‌رود.

1 - Certified reference materials

2 - Dibenzothiophene

3- Dibutyl sulfide

4- Thionaphthene (Benzothiophene)

5- Stock Solution

محلول ذخیره گوگرد را می‌توان به صورت محلول‌های حاوی 1000 mg/kg ، گوگرد نیز تهیه کرد. برای تهیه این محلول، مقدار مناسب از ترکیب گوگرددار (بند ۴-۴) را به طور دقیق در یک بالن حجم‌سنجی وزن کرده و سپس تا خط نشانه توسط حلال (بند ۴-۳) به حجم رسانده و دوباره وزن کنید. از عدم تبخیر حلال و در نتیجه بروز خطا در توزین ترکیبات گوگردی اطمینان حاصل کنید. جرم مناسب ترکیبات شرح داده شده در بندهای ۴-۴ تا ۴-۴ برای یک بالن حجم‌سنجی 100 ml شامل 0.5748 گرم برای (DBT)، 0.4563 گرم برای (DBS) و 0.4186 گرم برای (TNA) می‌باشد.

یادآوری - زمان ماندگاری محلول ذخیره در صورتی که در دمای پایین (در یخچال) نگهداری شود حدود ۳ ماه است.

۴-۶ محلول‌های استاندارد کالیبراسیون

محلول‌های استاندارد کالیبراسیون را با رقیق‌سازی محلول ذخیره (بند ۴-۵) با حلال انتخابی (بند ۴-۳) تهیه کنید. مقدار گوگرد محلول‌های استاندارد کالیبراسیون را با دقت محاسبه کنید. محلول‌های استاندارد کالیبراسیون با غلظت معلوم گوگرد بر حسب میلی‌گرم بر لیتر (یا گرم بر کیلوگرم)، را می‌توان به ترتیب با رقیق‌سازی حجمی/حجمی (یا جرمی/جرمی) محلول ذخیره مرجع 1000 mg/l (یا mg/kg) تهیه کرد. روش‌های دیگری نیز ممکن است برای تهیه این محلول‌های کالیبراسیون وجود داشته باشد اما با روش‌های ذکر شده در بالا تصحیح چگالی نیاز نمی‌باشد.

توصیه می‌شود محلول‌های کالیبراسیون به صورت منظم بسته به دوره و زمان استفاده، به صورت تازه تهیه شوند. عمر مفید محلول‌های استاندارد با مقدار گوگرد بالای 30 mg/kg (mg/l) هنگام نگهداری در مکان خنک مانند یخچال حداقل یک ماه می‌باشد. برای مقادیر کمتر گوگرد (کمتر از 30 mg/kg) زمان ماندگاری کاهش می‌یابد.

۴-۷ نمونه‌های کنترل کیفیت

نمونه‌های کنترل کیفیت، نمونه‌های پایدار نماینده مواد مورد آزمون بوده و مقدار گوگرد این نمونه‌ها در یک بازه زمانی قابل توجه توسط این استاندارد معلوم می‌شود. به طور جایگزین، مواد استاندارد با مقادیر تایید شده به صورت تجاری نیز در دسترس هستند. قبل از استفاده باید مطمئن شوید که تاریخ مصرف آن‌ها به پایان نرسیده باشد.

۴-۸ پشم کوارتز

توصیه‌های سازنده را دنبال کنید.

۵ وسایل

شکل ۱ اجزای اصلی دستگاه UVF را نشان می‌دهد.

۵-۱ کوره، تشکیل شده از یک سیستم الکتریکی که توانایی تولید دمای کافی برای پیرولیز تمام نمونه و اکسایش تمام گوگرد به گوگرد دی اکسید (SO_2) را دارد. کوره را می‌توان هم به صورت عمودی و هم به صورت افقی قرار داد.

۵-۲ لوله احتراق، از جنس کوارتز که برای تزریق مستقیم نمونه به داخل ناحیه گرم اکسایش کوره تعبیه شده است (بند ۵-۱).

لوله احتراق باید دارای بازوهای جانبی برای ورود اکسیژن و گاز حامل باشد. بخش اکسایش لوله باید به اندازه کافی بزرگ باشد تا از احتراق کامل نمونه اطمینان حاصل شود. لوله می‌تواند به صورت افقی یا عمودی قرار گیرد.

۵-۳ کنترل کننده‌های جریان، با قابلیت برقراری جریان ثابتی از اکسیژن و گاز حامل

۵-۴ خشک کننده بخار، با قابلیت حذف بخار آب تشکیل شده در طول احتراق قبل از اندازه‌گیری توسط آشکار ساز (بند ۵-۵)

۵-۵ آشکارساز فلورسانس فرابنفش، گزینش‌پذیر و کمی، با قابلیت اندازه‌گیری نور نشر شده از فلورسانس گوگرد دی‌اکسید توسط نور فرابنفش

هشدار- قرار گرفتن در معرض مقادیر بیش از حد نور فرابنفش برای سلامتی خطرناک است. اپراتور دستگاه باید از قرار دادن هر قسمت از بدن خود، مخصوصاً چشم‌ها، نه تنها در برابر نور مستقیم فرابنفش، بلکه در برابر تابش‌های ثانویه و پخش شده جلوگیری کند.

۵-۶ سرنگ میکرولیتری، با قابلیت تزریق دقیق مقادیر بین ۵۱ μl تا ۵۰ μl

برای تعیین طول سوزن مورد نیاز، دستورکار شرکت سازنده را مطالعه کنید.

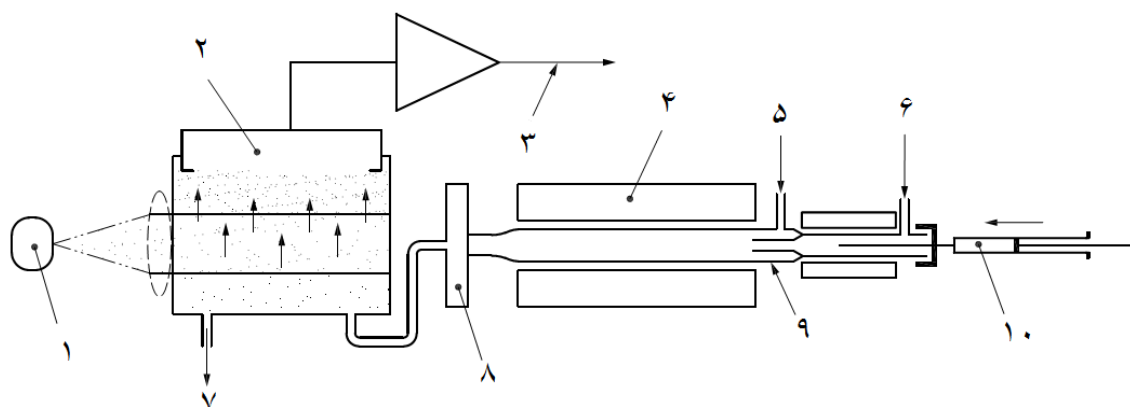
برای تزریق عمودی، سرنگ‌هایی با پیستون از جنس پلی تترا فلورو اتیلن (PTFE)^۱ توصیه می‌شود.

۵-۷ سیستم ورودی نمونه، این سیستم هم می‌تواند به صورت عمودی و هم به صورت افقی قرار داده شود. سیستم ورودی نمونه باید شامل یک سیستم تزریق مستقیم قادر به انتقال ماده مورد آنالیز به صورت کمی به درون جریان حامل ورودی که نمونه را به ناحیه اکسایش با یک نرخ کنترل شده و تکرارپذیر وارد می‌کند، باشد. یک مکانیزم تخلیه سرنگ مورد نیاز است تا نمونه داخل سرنگ میکرولیتری را با نرخ ثابت تقریباً ۱ μl/s از سرنگ خارج کند.

یادآوری- سیستم های تزریق قایقی را اگر منطبق با الزامات بند ۱۲ باشند نیز می‌توان استفاده کرد.

۵-۸ ترازو، با قابلیت توزین با درستی حداقل ۰.۱ mg

۵-۹ بالن حجم‌سنجی، بالن‌های حجمی تک نشانه رده A مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ی ۷۵۲۰، با ظرفیت ۱۰۰ ml برای تهیه محلول ذخیره گوگرد (بند ۴-۵) و محلول‌های استاندارد کالیبراسیون (بند ۴-۶)



راهنما:

- (۱) منبع نور فرابنفش
- (۲) فوتومولتی پلایر
- (۳) علامت خروجی
- (۴) کوره با دمای 1000°C تا 1100°C
- (۵) ورودی اکسیژن
- (۶) ورودی گاز بی اثر
- (۷) خروجی گازها
- (۸) خشک کن
- (۹) لوله ی کوارتز
- (۱۰) سرنگ میکرولیتری

شکل ۱- شمای دستگاه

۶ نمونه برداری

۶-۱ به جز در موارد خاص، نمونه آزمایشگاهی را توسط دستورکارهای توصیف شده در استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ برای نمونه برداری دستی یا استاندارد ISO 3171 برای نمونه برداری خودکار، نمونه برداری کنید. برای حفظ ترکیبات فراری که در برخی نمونه ها یافت می شوند، آن ها را در حداقل دمای ممکن نگهداری کرده و بیشتر از میزان لازم درب نمونه را باز نگذارید.

توصیه می شود به منظور جلوگیری از کاهش مقدار گوگرد یا آلودگی نمونه به سبب در معرض قرارگیری با هوا یا تماس با ظروف، نمونه ها هر چه سریعتر بعد از نمونه برداری مورد آزمون قرار گیرند.

هشدار - نمونه هایی که در دمای پایین تر از دمای اتاق جمع آوری می شوند ممکن است منبسط شوند که موجب ترکیدن ظرف می شود. برای این گونه نمونه ها، ظرف را کامل پر نکنید و مقدار کافی فضای خالی بالای نمونه قرار دهید تا فضا برای انبساط آن وجود داشته باشد.

۶-۲ چنانچه نمونه بلافاصله استفاده نمی شود، قبل از برداشتن قسمتی از آن برای آزمون، آن را درون ظرف به طور کامل هم زده و مخلوط کنید.

۷ آماده سازی دستگاه

- ۱-۷ دستگاه را سوار کرده و طبق دستورکار سازنده عدم نشتی را بررسی کنید.
- ۲-۷ فشار و نرخ جریان ورودی هر گاز را طبق دستورکار سازنده تنظیم کنید.
- ۳-۷ با مراجعه به دستورکار سازنده، دمای کوره را تا حدی که از پیرولیز و اکسایش تمام گوگرد مطمئن شویم، بالا نگه دارید. برای مثال 1100°C برای کوره یک ناحیه دمایی و در مورد کوره دو ناحیه دمایی، دمای 750°C برای پیرولیز، و دمای 1000°C تا 1100°C برای اکسیداسیون تنظیم کنید.
- ۴-۷ حساسیت دستگاه و پایداری خط مبنا را تنظیم کنید و دستورکار تست دستگاه با محلول شاهد را طبق راهنمایی های سازنده دنبال کنید. قبل از اندازه گیری مطمئن شوید که نور فرابنفش پایدار است.
- یادآوری- به طور معمول حداقل ۳۰ دقیقه زمان برای گرم شدن لامپ و استفاده از نور فرابنفش مورد نیاز است.

۸ تأیید و کالیبراسیون دستگاه

۱-۸ کالیبراسیون چند نقطه ای

۱-۱-۸ یکی از منحنی های پیشنهاد شده در جدول ۱ را انتخاب کنید. یک سری محلول های استاندارد کالیبراسیون (بند ۴-۶) را با رقیق سازی محلول ذخیره (بند ۴-۵) با حلال انتخابی (بند ۳-۴) برای پوشش دادن محدوده کاری تهیه کنید. می توان از تعداد استانداردهای کالیبراسیون مختلفی برای ترسیم منحنی کالیبراسیون استفاده کرد ولی توصیه می شود حداقل از چهار استاندارد استفاده شود.

جدول ۱- محلول های استاندارد کالیبراسیون

منحنی I	منحنی II	منحنی III
مقدار گوگرد	مقدار گوگرد	مقدار گوگرد
mg/kg یا mg/l	mg/kg یا mg/l	mg/kg یا mg/l
۰/۵	۵	۵۰
۲	۱۰	۱۵۰
۵	۳۰	۳۵۰
۱۰	۶۰	۵۰۰

۲-۱-۸ سرنگ میکرولیتری را چندین بار (بند ۵-۶) با محلول مورد آزمون پر و خالی کنید. و مطمئن شوید که در ستون مایع نهایی در سرنگ هیچ حبابی وجود ندارد.

۸-۱-۳ مقدار مناسبی از نمونه را به طور کمی طبق توصیه سازنده با به کارگیری یکی از روش‌های توضیح داده شده در بند ۸-۱-۳ یا ۸-۱-۳-۲، قبل از تزریق نمونه درون لوله احتراق برای آنالیز، تهیه کنید.

یادآوری- تزریق یک نمونه با اندازه ثابت یا مشابه برای همه مواد مورد آزمون در محدوده کاری انتخاب شده، شرایط احتراق یکسانی را باعث می‌شود.

۸-۱-۳-۱ برای اندازه‌گیری حجمی، سرنگ را تا سطح انتخاب شده پر کنید و پیستون سرنگ را به داخل فشار دهید تا هوای مایع خارج شود و قسمت پایینی انحنای سطح مایع روی ۱۰٪ تقسیمات بزرگ واحد سرنگ بایستد. حجم مایع درون سرنگ را ثبت کنید. بعد از تزریق دوباره پیستون سرنگ را عقب بکشید تا این‌که قسمت پایین انحنای مایع روی ۱۰٪ قرار بگیرد و حجم مایع داخل سرنگ را ثبت کنید. تفاوت بین دو حجم خوانده شده، حجم نمونه تزریق شده است.

یادآوری: یک دستگاه نمونه‌برداری و تزریق خودکار می‌تواند به جای روش تزریق دستی فوق نیز استفاده شود.

۸-۱-۳-۲ در اندازه‌گیری جرمی، مجموعه سرنگ به همراه سوزن پر شده را قبل و بعد از تزریق برای تعیین جرم آزمون تزریق شده، وزن کنید.

یادآوری- اگر یک ترازو با درستی حداقل $\pm 0.1\text{mg}$ استفاده شود، اندازه‌گیری جرمی برای نمونه‌های با فراریت کم‌تر از اندازه‌گیری حجمی دقیق‌تر می‌باشد.

۸-۱-۴ بعد از اینکه مقدار مناسبی از نمونه در داخل سرنگ میکرولیتری اندازه‌گیری شد، بدون درنگ و به صورت یکنواخت آن را به داخل دستگاه انتقال دهید.

برای تزریق مستقیم، با دقت زیاد سرنگ را به ورودی لوله‌ی احتراق فرو کنید. (بند ۵-۲) و پیستون سرنگ را به آرامی به داخل فشار دهید. برای سوختن نمونه باقی مانده در سوزن، زمان کافی را در نظر بگیرید و به محض این‌که خط مبنای پایدار دوباره حاصل شد بی‌درنگ آنالیز را شروع کنید. بعد از این‌که دستگاه به یک خط مبنای پایدار بازگشت، سرنگ را جدا کنید.

۸-۱-۵ منحنی کالیبراسیون را با استفاده از یکی از روش‌های توضیح داده شده در بند ۸-۱-۵ یا ۸-۱-۵-۲ رسم کنید.

۸-۱-۵-۱ برای ترسیم دستی، هر یک از محلول‌های استاندارد کالیبراسیون و شاهد را با استفاده از دستورکار شرح داده شده در بندهای ۸-۱-۲ تا ۸-۱-۴، سه مرتبه آنالیز کنید. قبل از تعیین متوسط سطح زیر نمودار هر کدام از محلول‌های استاندارد ابتدا سطح زیر نمودار نمونه‌ی شاهد را از آن‌ها کم کنید. منحنی‌ای رسم کنید که در محور Y میانگین سطح زیر نمودار هر یک از محلول‌های استاندارد، و در محور Xها، Q که بر حسب نانوگرم گوگرد تزریق شده است، باشد. این منحنی باید با ضریب همبستگی حداقل ۰.۹۹۵ خطی باشد. Q با استفاده از روابط (۱) یا (۲) به دست می‌آید.

$$Q = m_c \times w_{sc} \quad (1)$$

$$Q = V_c \times \rho_s \quad (2)$$

که در آن:

$$\begin{aligned}w_{Sc} & \text{ مقدار گوگرد محلول استاندارد کالیبراسیون بر حسب میلی گرم گوگرد بر کیلوگرم محلول;} \\V_c & \text{ حجم محلول استاندارد کالیبراسیون تزریق شده بر حسب میکرولیتر;} \\ \rho_s & \text{ غلظت گوگرد در محلول استاندارد کالیبراسیون بر حسب میلی گرم گوگرد بر لیتر محلول;} \\m_c & \text{ جرم محلول استاندارد کالیبراسیون تزریق شده بر حسب میلی گرم که از طریق مستقیم یا محاسبه از} \\ & \text{ روی حجم تزریق شده و چگالی با استفاده از رابطه ۳ محاسبه می شود.} \\m_c &= V_c \times D_c \quad (3)\end{aligned}$$

که در آن :

D_c چگالی محلول استاندارد کالیبراسیون در دمای اندازه گیری بر حسب گرم بر میلی لیتر است.
۸-۱-۵-۲ اگر دستگاه دارای یک کالیبراسیون درونی روزمره است، محلول های استاندارد کالیبراسیون و شاهد را با استفاده از دستورکارهای توضیح داده شده در بندهای ۸-۱-۲ تا ۸-۱-۴، سه بار آنالیز کنید. اگر تصحیح شاهد مورد نیاز است و موجود نیست (به بند ۴-۳ رجوع کنید)، پاسخ دستگاه را با استفاده از متوسط سطح زیر نمودار برای هر محلول استاندارد در مقابل مقدار گوگرد Q (بر حسب نانوگرم)، همان طور که در بند ۸-۱-۵-۱ به دست آمد تصحیح کنید. این منحنی باید با یک ضریب همبستگی حداقل ۰/۹۹۵ خطی باشد.

یادآوری - برای منحنی III (جدول ۱)، تصحیح شاهد می تواند حذف شود.

۸-۱-۶ کالیبراسیون دستگاه اندازه گیری گوگرد می تواند با استفاده از یک منحنی کالیبراسیون (بازه ی غلظتی متفاوت از آن هایی که در جدول ۱ آمده است، انجام شود. بهتر است منحنی کالیبراسیون ترسیم شده به گونه ای باشد که مقدار گوگرد نمونه تحت آنالیز در وسط منحنی کالیبراسیون قرار گیرد.

۸-۲ کالیبراسیون یک نقطه ای

۸-۲-۱ یک محلول استاندارد کالیبراسیون (بند ۴-۶) که مقدار گوگرد آن نزدیک به مقدار آن در نمونه مورد آزمون است (حداکثر $\pm 50\%$) را با رقیق سازی محلول ذخیره (بند ۴-۵) تهیه کنید. اگر خطی بودن دستگاه قبلاً بررسی شده باشد، ممکن است از یک محلول استاندارد کالیبراسیون که غلظت گوگرد آن از مقدار گوگرد نمونه 50% بیشتر باشد، استفاده کرد.

در صورت لزوم توصیه می شود مقدار گوگرد محلول استاندارد کالیبراسیون توسط مقدار گوگرد حلال انتخاب شده تصحیح شود.

یادآوری - برای اندازه گیری مقدار گوگرد حلال انتخابی، روش افزایش استاندارد، نتایج رضایت بخشی را ارائه می دهد.

۸-۲-۲ با استفاده از روش های شرح داده شده در بندهای ۸-۱-۲ تا ۸-۱-۴، سه مرتبه محلول استاندارد کالیبراسیون را با استفاده از مقادیر مناسبی از نمونه که توسط سازنده مشخص شده است آنالیز کنید.

۸-۲-۳ ضریب کالیبراسیون، K ، که بر حسب تعداد شمارش‌های دستگاه بر نانوگرم گوگرد بیان می‌شود را با استفاده از روابط ۴ یا ۵ محاسبه کنید.

$$K = \frac{A_c}{m_c \times w_{sc}} \quad (۴)$$

$$K = \frac{A_c}{V_c \times \rho_s} \quad (۵)$$

(۵)

که در آن :

A_c مجموع پاسخ آشکارساز برای محلول استاندارد کالیبراسیون، بر حسب تعداد شمارش‌ها؛
 W_{sc} مقدار گوگرد محلول کالیبراسیون، بر حسب میلی گرم گوگرد در هر کیلوگرم محلول؛
 V_c حجم محلول کالیبراسیون تزریق شده بر حسب میکرولیتر؛
 ρ_c غلظت گوگرد محلول استاندارد کالیبراسیون، بر حسب میلی گرم در هر لیتر محلول؛
 m_c جرم محلول استاندارد کالیبراسیون تزریق شده، بر حسب میلی گرم که هم به صورت مستقیم و هم از حجم تزریق اندازه‌گیری شده و چگالی با استفاده از رابطه ۶ محاسبه می‌شود.

$$m_c = V_c \times D_c \quad (۶)$$

که در آن :

D_c چگالی محلول استاندارد کالیبراسیون در دمای اندازه‌گیری، بر حسب گرم بر میلی لیتر است.
 ضریب کالیبراسیون میانگین را محاسبه کرده و انحراف معیار آن را در محدوده قابل قبول بررسی کنید.

۸-۳ تصدیق صحت

۸-۳-۱ اعتبار کالیبراسیون را توسط یک نمونه کنترل کیفی با مقدار گوگرد معلوم کنترل کنید. این کار را در ابتدای انجام یک سری آنالیز و در طی یک سری آنالیز در صورتی که تعداد آن زیاد است حداقل پس از ۲۰ آنالیز انجام دهید.

۸-۳-۲ نتایج حاصله را با مقادیر معلوم و عدم قطعیت های مربوطه مقایسه کنید. نتایج خارج از محدوده باید برای دلایل اصلی و ریشه ای مورد بررسی قرار گیرند.

یادآوری- حدود کنترلی از نمودارهای کنترل آماری آزمایشگاهی به دست می‌آیند، اما توصیه می‌شود مقادیر اولیه پیش از این تغییرات تنظیم شوند. حدود تکرارپذیری این روش، یا ۰/۷ برابر تجدیدپذیری، نقاط شروع قابل قبولی به شمار می‌روند.

۹ روش انجام آزمون

۱-۹ چگالی نمونه را مطابق با روش هیدرومتر مشخص شده در استاندارد ISO 3675 و یا روش لوله U شکل نوسان کننده مشخص شده در استاندارد ISO 12185 تعیین کنید. چنانچه دمای نمونه تزریق شده بیش از ۳ °C با دمای تعیین چگالی اختلاف داشته باشد، یا چنانچه چگالی مورد استفاده در یک دمای مرجع باشد، می‌توان برای تبدیل چگالی به چگالی در دمای تزریق از استاندارد ISO 91-1 استفاده نمود.

۲-۹ مقدار گوگرد نمونه را تخمین بزنید، چنانچه کالیبراسیون چند نقطه‌ای استفاده می‌شود، مقدار نمونه را طوری برداشته که در محدوده نمودار کالیبراسیون باشد و اگر کالیبراسیون تک نقطه‌ای است حداکثر $\pm 5\%$ با آن اختلاف داشته باشد. چنانچه مقدار گوگرد پیش‌بینی شده بیشتر از محدوده کالیبراسیون مرجع باشد، نمونه را با حلال‌های آورده شده در بند ۳-۴ به صورت حجمی یا وزنی رقیق کنید. هنگامی که میزان گوگرد بیشتر از ۵۰۰ mg/kg باشد نمونه را تا مناسب‌ترین غلظت رقیق کنید.

۳-۹ با استفاده از روش شرح داده شده در بندهای ۸-۱-۲ تا ۸-۱-۴ سه مرتبه مقدار مناسبی از نمونه را همانطور که توسط سازنده مشخص شده است تزریق و آزمون کنید.

۴-۹ لوله احتراق و سایر اجزای مسیر جریان را به منظور بررسی اکسایش کامل نمونه برداشته شده بازرسی کنید. چنانچه مقدار رسوبات قابل توجه باشد، طبق بندهای ۹-۴-۱ و ۹-۴-۲ عمل کنید.

۹-۴-۱ در صورت مشاهده کک یا دوده، تمام قسمت‌های لوله احتراق را مطابق دستور کار سازنده تمیز کنید. پس از تمیز و/یا تنظیم کردن، دستگاه را نصب کرده و وجود نشتی را بررسی کنید. قبل از انجام آزمون مجدد با یک محلول کالیبره آن را کنترل کنید.

۹-۴-۲ حجم تزریق یا سرعت تزریق و یا هردو را کمتر کنید.

۱۰ محاسبات

۱-۱۰ با استفاده از کالیبراسیون چند نقطه‌ای

برای دستگاه‌هایی که با استفاده از منحنی استاندارد کالیبره شده‌اند مقدار گوگرد نمونه W_s را برحسب میلی گرم بر کیلوگرم با استفاده از روابط ۷ یا ۸ محاسبه کنید.

$$w_s = \frac{A - Y}{m \times S_s \times F_g} \quad (7)$$

$$w_s = \frac{A - Y}{V \times S_s \times F_v} \quad (8)$$

که در آن :

A مجموع پاسخ آشکارساز برای هر نمونه، بر حسب تعداد شمارش‌ها ؛
 Y عرض از مبدا منحنی کالیبراسیون، بر حسب تعداد شمارش‌ها ؛
 S_s شیب منحنی کالیبراسیون، بر حسب تعداد شمارش‌ها بر هر نانوگرم گوگرد ؛
 F_g ضریب رقیق‌سازی وزنی، برابر جرم بخش مورد آزمون بر مجموع جرم بخش مورد آزمون و حلال، بر حسب گرم بر گرم؛
 V حجم محلول مورد آزمون تزریق شده، بر حسب میکرولیتر؛

F_v ضریب رقیق‌سازی حجمی، برابر جرم بخش مورد آزمون بر مجموع حجم‌های بخش مورد آزمون و حلال، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر؛

m جرم محلول تزریق شده بخش مورد آزمون است که یا به صورت مستقیم اندازه‌گیری می‌شود و یا با استفاده از رابطه ۹ چگالی و حجم تزریق اندازه‌گیری شده محاسبه و بر حسب میلی‌گرم گزارش می‌شود.

$$m = V \times D \quad (9)$$

که در آن :

D چگالی محلول بخش مورد آزمون در دمای اندازه‌گیری است که بر حسب گرم بر میلی‌لیتر بیان می‌شود.

۱۰-۲ استفاده از کالیبراسیون تک نقطه‌ای

مقدار گوگرد نمونه W_s که بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم بیان می‌شود را با استفاده از روابط ۱۰ یا ۱۱ محاسبه کنید.

$$w_s = \frac{A}{m \times K \times F_g} \quad (10)$$

$$w_s = \frac{A}{V \times K \times F_v} \quad (11)$$

که در آن :

K ضریب کالیبراسیون، بر حسب تعداد شمارش شده بر هر نانوگرم گوگرد؛

V حجم محلول مورد آزمون تزریق شده، بر حسب میکرولیتر؛

A پاسخ آشکارساز برای هر نمونه، برحسب تعداد شمارش‌ها؛

F_g ضریب رقیق‌سازی وزنی، جرم بخش مورد آزمون بر مجموع جرم بخش مورد آزمون و حلال، بر حسب گرم بر گرم؛

F_v ضریب رقیق‌سازی حجمی، جرم بخش مورد آزمون بر مجموع حجم بخش مورد آزمون و حلال، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر؛

m جرم محلول تزریق شده بخش مورد آزمون است که یا به صورت مستقیم اندازه‌گیری می‌شود و یا با استفاده از رابطه ۱۲ چگالی و حجم تزریق اندازه‌گیری شده محاسبه و بر حسب میلی‌گرم گزارش می‌شود.

$$m = V \times D \quad (12)$$

که در آن :

D چگالی محلول بخش مورد آزمون در دمای اندازه‌گیری، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر.
اگر در اندازه‌گیری مقدار کم گوگرد، رقیق‌سازی انجام شده است باید مقدار گوگرد حلال نیز در محاسبات منظور گردد.

۳-۱۰ مقدار گوگرد میانگین را از نتایج حاصل از سه بار تزریق نمونه محاسبه کنید .

۱۱ بیان نتایج

مقدار گوگرد نمونه را با تقریب 1 mg/kg برای مقادیر گوگرد بیش از 60 mg/kg و با تقریب 0.1 mg/kg برای مقادیر گوگرد کمتر از 60 mg/kg گزارش کنید .

۱۲ دقت

۱-۱۲ کلیات

دقت که توسط آزمون آماری مطابق با استاندارد ISO 425 تعیین می‌شود، در بندهای ۲-۱۲ و ۳-۱۲ داده شده است .

۲-۱۲ تکرارپذیری، r

اختلاف بین نتایج متوالی که توسط یک آزمون‌گر با یک دستگاه تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان که در مدت زمان طولانی، در عملیات عادی و صحیح روش آزمون به دست آمده است، تنها در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر به دست آمده از جدول ۲ تجاوز می‌کند.

جدول ۲- تکرارپذیری

مقدار گوگرد mg/kg	بنزین	گازوئیل
۳ تا ۶۰	$r = 0.0631X + 0.35$	$r = 0.0553X + 0.55$
< 60 تا ۵۰۰	$r = 0.0417X + 1$	$r = 0.0285X + 2$

یادآوری- X میانگین نتایج مقایسه شده، بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم است.

۱۲-۳ تجدیدپذیری، R

اختلاف بین نتیجه دو آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمون گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف روی ماده آزمون یکسان که در مدت زمان طولانی به‌دست آمده است، تنها در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر به دست آمده از جدول ۳ تجاوز می‌کند.

جدول ۳- تجدیدپذیری

مقدار گوگرد mg/kg	بنزین	گازوئیل
۳ تا ۶۰	$R = 0.1749X + 0.96$	$R = 0.1120X + 1.12$
< 60 تا ۵۰۰	$R = 0.1573X + 2$	$R = 0.1080X + 2$

یادآوری- X میانگین نتایج مقایسه شده، بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم است.

مثال‌هایی از دقت‌های تخمین زده شده در بالا در جدول ۴ آمده است:

جدول ۴- تکرار پذیری و تجدید پذیری

مقدار گوگرد (mg/kg)	تکرار پذیری r		تجدید پذیری R	
	بنزین	گازوئیل	بنزین	گازوئیل
۱۰	۱/۰	۱/۱	۲/۷	۲/۲
۳۰	۲/۲	۲/۲	۶/۲	۴/۵
۵۰	۳/۵	۳/۳	۹/۷	۶/۷
۱۰۰	۵	۵	۱۸	۱۳
۳۵۰	۱۶	۱۲	۵۷	۴۰
۵۰۰	۲۲	۱۶	۸۱	۵۶

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۳ روش آزمون استفاده شده مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۸۷۶۴؛

- ۲-۱۳ نوع و مشخصات کامل محصول مورد آزمون؛
- ۳-۱۳ نتیجه آزمون (بند ۱۱ را ببینید)؛
- ۴-۱۳ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده؛
- ۵-۱۳ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛
- ۶-۱۳ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛
- ۷-۱۳ تاریخ انجام آزمون.