

بهینه سازی دستگاه سقوط قطره در اندازه گیری غلظت آب سنگین

غلامعلی شیروی^{۱*}، امیرسعید شیرانی^۲، جمشید خورسندی^۳، بیژن پورعباس تحویلدار^۴

۱، ۲ و ۴- دانشگاه شهید بهشتی، دانشکده مهندسی هسته‌ای، گروه چرخه سوخت

۳- سازمان انرژی اتمی ایران، پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای، پژوهشکده کاربرد پرتو اصفهان

چکیده:

به علت کاربرد آب سنگین به عنوان کندکننده نوترون در راکتور، تعیین غلظت این ماده بسیار با اهمیت است. دستگاه سقوط قطره، با توجه به دانسیته آب سنگین، غلظت را مشخص می‌کند. غلظت آب سنگین متناسب با زمان سقوط قطره می‌باشد. این روش یکی از ارزان‌ترین و ساده‌ترین روش‌های تعیین غلظت آب سنگین است ولی، دقت غلظت تعیین شده در آن وابستگی شدیدی به اندازه‌گیری زمان سقوط قطره دارد. بهبود دقت اندازه‌گیری زمان، با تجهیز دستگاه به ادوات تکنیک پردازش تصویر انجام شده و برتری آن نسبت به روش دستی نشان داده شده است.

واژگان کلیدی: آب سنگین، دستگاه سقوط قطره، تکنیک پردازش تصویر

۱- مقدمه:

راکتور صفر قدرت آب سنگین مرکز اصفهان، مجموعه‌ای است بحرانی با سوخت اورانیوم طبیعی فلزی، کند کننده آب سنگین و منعکس کننده گرافیت که حد اکثر توان آن ۱۰۰ وات می‌باشد این راکتور برای آموزش و انجام مطالعات پایه در زمینه فیزیک راکتور های آب سنگین در برنامه تحقیق و توسعه مرکز اصفهان قرار گرفته است [۱].

در طی مراحل تعمیر و نگهداری راکتورهای آب سنگین خواه یا ناخواه مقداری آب سنگین از سیستم خارج و در تماس با هوا قرار می‌گیرد به علاوه در هر بار نمونه‌گیری از آب سنگین راکتور حدود ۱۵۰ میلی لیتر آب سنگین برداشت می‌گردد این گونه آب سنگین ها چون در تماس با هوا قرار می‌گیرند به مرور زمان طی واکنش تبادل یون هیدروژن و رطوبت موجود در هوا سبب می‌گردد آب سنگین رقیق شود جهت حل این مشکل یک واحد تغلیظ آب سنگین در مرکز اصفهان در نظر گرفته شده است که قادر است در هر بار ۱۲۰ لیتر آب سنگین را طی یک هفته از ۹۰٪ به ۹۹/۸٪ برساند. لذا تعیین غلظت آب سنگین برای راکتور ZPR اصفهان دارای اهمیت می‌باشد [۱].

روش های متعددی جهت آنالیز آب سنگین وجود دارد که سه ویژگی در دسترس بودن تجهیزات، میزان تکرارپذیری روش و دقت مورد نیاز در انتخاب روش مناسب مؤثر است. روش های آنالیز آب سنگین جهت اندازه گیری غلظت به دو دسته تقسیم می‌شود. دسته اول، روش های آنالیز بر اساس سنجش خواص فیزیکی (سقوط قطره و اندازه گیری دیجیتالی چگالی) است و دسته دوم روش های آنالیز دستگاهی (اسپکتروسکوپی زیر قرمز و اسپکتروسکوپی جرمی) می‌باشد. در راکتور ZPR اصفهان تعیین غلظت آب سنگین، بوسیله دستگاه تبدیل فوریه^۱ که دستگاه بسیار گران قیمت و حساس اما دقیق و دستگاه سقوط قطره که دستگاه بسیار ارزان و ساده اما با دقت پایین است انجام می‌شود. اندازه‌گیری غلظت آب سنگین بر اساس روش اندازه‌گیری زمان سقوط قطره (F.D.M) بر این اساس استوار است

که غلظت با دانسیته متناسب است. در یک دمای مشخص، هرچه غلظت یک نمونه مثل D_2O بیشتر باشد، دانسیته نمونه بیشتر است و زمان سقوط آن کوتاهتر می شود. لذا با سنجش زمان سقوط قطره نمونه در یک محیط آلی (شامل دو ماده آلی غیر قابل امتزاج با آب)، می توان غلظت نمونه را تعیین کرد [۲].

دستگاه سقوط قطره به دلیل دقت پایین آن نسبت به دستگاه تبدیل فوری در راکتور ZPR اصفهان کمتر مورد استفاده بود. یکی از مهمترین دلایل عدم دقت بالای دستگاه سقوط قطره اندازه گیری زمان سقوط است که بوسیله کاربر و با دست انجام می شد، لذا با مکانیزه کردن اندازه گیری زمان دقت دستگاه تا حد خوبی افزایش می یابد.

در این مقاله، با راه اندازی و بهینه سازی دستگاه اندازه گیری غلظت بر اساس روش سقوط قطره، به کمک تکنیک پردازش تصویر، خطای دستگاه را به مقدار قابل ملاحظه ای کاهش داده است. استفاده از روش پردازش تصویر علاوه بر سادگی تجهیزات و در دسترس بودن آنها، دارای دقت بسیار بالایی است که استفاده از آن را مقرون به صرفه می کند.

۲- روش کار:

با توجه به روش تشریح شده در قسمت قبل، نمونه دستگاه سقوط قطره که در آزمایشگاه شیمی راکتور پژوهشگاه کاربرد پرتو مرکز هسته ای اصفهان مورد بهینه سازی قرار گرفته در شکل (۱) نشان داده شده است. مطابق شکل، هر یک از قسمت های این دستگاه بصورت زیر است:

- ۱- مخزن حاوی آب مقطر، ۲- همزن الکتریکی و منبع تغذیه مربوطه، ۳- ترمومتر معمولی، ۴- هیتر و منبع تغذیه مربوطه، ۵- ترموستات، ۶- دماسنج بکمن، ۷- لامپ گرمایی و منبع تغذیه مربوطه، ۸- منبع تغذیه و ۹- ستون سقوط قطره



(ب)

(الف)

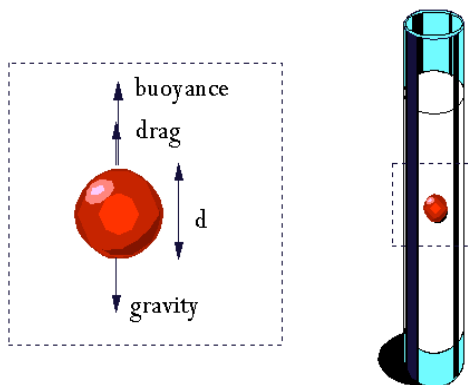
(ج)

شکل (۱): (الف) نمای کلی دستگاه سقوط قطره، (ب) و (ج) نمای بالای دستگاه

جهت آنالیز از لوله های سقوط قطره که قطر داخلی آن ها ۹ میلی متر و فاصله سقوط قطره ۱۵ سانتی متر است استفاده می شود. دمای مخزن آب ۳۰ درجه سانتیگراد و ترمومتر بکمن ۱/۱ درجه سانتیگراد را نشان می دهد. حجم قطره که برای اندازه گیری غلظت در ستون مایع مرجع رها می شود، حدود ۱۰ میکرولیتر است [۳].

۲-۱- تئوری سقوط قطره

اساس این روش بر سقوط یک قطره در یک مایع غیر قابل امتزاج استوار است. بر طبق قانون استوکس سرعت سقوط قطره هنگامی که برآیند نیروهای وارد بر آن صفر باشد، ثابت است لذا با ثابت بودن سرعت و مسافت طی شده توسط قطره زمان سقوط قطره بر طبق فرمولهای زیر قابل تعیین است:



شکل (۲) سقوط قطره درون مایع غیر قابل امتزاج با آن

$$F_d = 6\pi\eta r v \quad (1)$$

$$F_b = \frac{4}{3}\pi r^3 \rho_f g \quad (2)$$

$$F_g = mg = \frac{4}{3}\pi r^3 \rho_p g \quad (3)$$

$$F_g = F_d + F_b \quad (4)$$

با توجه به فرمهای (۱) تا (۴) نتیجه می شود که:

$$v = \frac{2gr^2(d-d_0)}{9\eta} \quad (5)$$

$$\frac{l}{t} = \frac{2g(d-d_0)}{9\eta s} \quad (6)$$

F_d : نیروی دراگ، F_b : نیروی ارشمیدوس، F_g : نیروی گرانش، v : سرعت قطره سقوط کننده ($m \cdot s^{-1}$)، r : شعاع قطره سقوط کننده (m)، d : چگالی قطره مورد آنالیز ($kg \cdot m^{-3}$)، d_0 : چگالی مایع مرجع ($kg \cdot m^{-3}$)، η : ویسکوزیته مایع مرجع ($Pa \cdot s$)، g : ثابت گرانش ($m \cdot s^{-2}$)، s : مسافت پیموده شده توسط قطره (m)، t : زمان سقوط (s)

طبق فرمول (۶) چگالی قطره در حال سقوط با زمان سقوط آن نسبت عکس دارد، لذا با تعیین این زمان و ثابت نگه داشتن بقیه پارامترها، چگالی قطره در حال سقوط مشخص می شود [۴].

۲-۲- مایع مرجع

از نکات مهم این روش، انتخاب مایع مرجع است. با انتخاب مایع مرجع با دانسیته نزدیک به نمونه آب سنگین، زمان سقوط افزایش یافته و خطاهای ناشی از زمان کاهش می یابد. برای تعیین یک مایع مرجع بایستی به خصوصیات زیر توجه داشت:

الف- غیر قابل امتزاج با نمونه باشد.

ب- از نظر شیمیایی خنثی باشد.

ج- فشار بخار پایین داشته باشد تا دوره طولانی از زمان کالبره بماند.

با توجه به نکات فوق و آزمایش های انجام شده، مایع مرجع مورد استفاده در ستون سقوط قطره، مخلوطی از α -کلروفتالن و دی فنیل متان است. نقطه جوش این دو ماده بهم نزدیک و فشار بخار هر دو نیز پایین می باشد. بنابراین ترکیب آن ها پایدار می باشد. خواص مواد مورد استفاده در ستون سقوط قطره در جدول (۱) نشان داده شده است [۶].

برای هر محدوده غلظتی از آب سنگین جهت آنالیز، ترکیب درون لوله سقوط به طور جداگانه تهیه می شود. ترکیب درون لوله به نسبتی باید تهیه گردد که دانسیته ترکیب 0.004 واحد پایین تر از محدوده دانسیته نمونه های مورد اندازه گیری باشد. برای مثال اگر محدوده غلظت مورد اندازه گیری بین 80 تا 90 مول D_2O باشد، ترکیب مناسب درون لوله ی سقوط باید دانسیته آن 0.004 واحد پایین تر از 80 درصد باشد. بنابراین نمونه ی 80 درصد می تواند در ترکیب سقوط کند. زمان سقوط باید در محدوده 20 تا 200 ثانیه باشد. در حالتی که قطره سریع تر سقوط کند باید از ماده سنگین تر به ترکیب اضافه کرد تا ترکیب مورد نظر به دست آید [۶].

۲-۳- روش انجام آزمایش

ابتدا مخزن آب را کاملاً تمیز نموده و با آب مقطر پر می نماییم و لوله های سقوط قطره را درون آن قرار می دهیم. سپس هیتر و همزن دستگاه را روشن نموده تا دمای آب به نزدیک 30 درجه سانتیگراد برسد. چون نقطه ذوب دی فنیل متان در حدود 26 درجه سانتیگراد است، می بایستی دمایی بالاتر از دمای اتاق جهت آزمایش انتخاب شود. دمای 30 درجه سانتیگراد به این دلیل انتخاب شده، چون اولاً نمی توان کمتر از آن را انتخاب کرد چون نقطه ذوب دی فنیل متان 26 درجه سانتیگراد است و باید دمایی بالاتر انتخاب کرد ثانیاً شیب نمودار چگالی با دما در دمای 30 درجه سانتیگراد کمترین مقدار خود را دارد یا به عبارت بهتر تغییرات چگالی با دما در دمای 30 درجه سانتیگراد کمترین مقدار است و میتوان آن را با تقریب خوبی ثابت در نظر گرفت و چون اساس کار این روش بر چگالی استوار است لذا بسیار اهمیت دارد که چگالی ثابت بماند [۵].

بعد از اینکه دما ثابت شد و تمام حباب ها در مخزن آب و لوله سقوط از بین رفت شرایط برای اندازه گیری آماده است. حال با توجه به محدوده غلظتی مورد نظر محلول ثانویه را آماده کرده و در درون دستگاه قرار می دهیم و آماده تزریق نمونه آب سنگین به درون محلول می شویم، ابتدا سرنگ هاملتونی 10 میکرولیتری را از استانداردهای مورد نظر پر کرده و به صورتی در لوله سقوط تخلیه می نماییم که:

الف- قطره در وسط لوله سقوط کند و به دیواره ها برخورد نکند.

ب- تمام نمونه در سرنگ به صورت یک قطره تخلیه شود.

در حین سقوط با عبور قطره از خط نشانه ی اول کرنومتر روشن و بعد از عبور از خط نشانه ی دوم کرنومتر متوقف می شود تا زمان سقوط بین دو نشانه به دست آید، با داشتن زمان سقوط و طبق فرمول (۶) چگالی و غلظت آب سنگین قابل تعیین است [۷].

۲-۴- تکنیک پردازش تصویر برای سنجش زمان سقوط قطره

همانطور که اشاره شد، عمده ترین علت خطای دستگاه سقوط قطره خطای مربوط به اندازه‌گیری زمان سقوط است. در صورتی که این زمان توسط اپراتور بوسیله کرنومتر اندازه‌گیری شود، اولاً اندازه‌گیری این زمان توسط اپراتورهای مختلف متفاوت است، ثانياً این زمان به زاویه دید اپراتور بستگی خواهد داشت، لذا اگر بتوان اندازه‌گیری زمان سقوط قطره، همواره و در همه شرایط به طور یکسان و صحیح انجام شود، دقت دستگاه بیشتر خواهد شد. تکنیک پردازش تصویر با قابلیت تشخیص عبور قطره از درون ستون قطره، بسیار مؤثر است. این روش بدون اینکه سیستم اصلی دستکاری شود زمان سقوط قطره را با دقت بسیار بالایی محاسبه کرده و میتوان گفت خطای اندازه‌گیری زمان به کلی رفع می‌شود. استفاده از این تکنیک بسیار ساده، کم هزینه و دقیق است [۸].

برای این روش تنها به یک دوربین فیلم برداری و یک رایانه برای انجام عملیات پردازش تصویر نیاز است. با استفاده از نرم افزار Matlab می‌توان فیلم حاصل از سقوط قطره‌ها را تحلیل و پردازش کرد و با دقت بسیار بالایی زمان سقوط را محاسبه کرد. بدین منظور، ابتدا با استفاده از یک دوربین فیلم برداری، فیلم سقوط قطره در درون محلول را ضبط کرده و سپس بوسیله نرم افزار Matlab هر ثانیه از فیلم، به ۳۰ فریم تبدیل می‌شود. سپس عملیات پردازش بر روی این فریم‌ها انجام می‌گردد. در شکل (۳) سه فریم از زمان‌های مختلف سقوط قطره (قبل از عبور از شاخص، در حال عبور از شاخص و بعد از عبور از شاخص) نشان داده شده است. در این شکل شاخص عبور با خط قرمز رنگ مشخص شده است [۸].



شکل (۳): سه فریم نمونه از سقوط قطره، (a) قبل از عبور از شاخص، (b) در حال عبور از شاخص و (c) بعد از عبور از شاخص

لازم به توضیح است که توابع نرم افزار Matlab قادرند تفاوتها را در رنگ، اندازه و تغییر مکان تشخیص داده و با هم مقایسه کنند، با توجه به این توانایی و تفاوت فریم‌هایی که در آنها قطره در حال سقوط است، با توجه به تغییر مکان قطره، تشخیص و تعیین تعداد فریم‌هایی که قطره بین دو خط نشان عبور می‌کند، قابل محاسبه است. با معلوم بودن تعداد فریم‌های بین دو خط نشان، زمان سقوط قطره بین دو خط نشان با دقت 0.0001 ثانیه قابل بدست می‌آید. با استفاده از این روش، خطای انسانی به کلی از بین رفته و دقت آن اندازه‌گیری بهبود می‌یابد [۸].

۳- نتایج

در این قسمت به تحلیل نتایج حاصل از روش پردازش تصویر و مقایسه آن با روش دستی پرداخته می‌شود. در آزمایشگاه شیمی راکتور پژوهشگاه کاربرد پرتو مرکز هسته‌ای اصفهان، بوسیله دستگاه سقوط قطره برای رنج ۲۰-۵

درصد آب سنگین (در ۶ غلظت ۵/۰۱، ۶/۰۲، ۸/۰۲، ۱۰/۰۲، ۱۲/۰۱ و ۱۳/۹۷ درصد) آزمایش سقوط قطره انجام شد. لازم بذکر است که برای رنج ۲۰-۵ درصد از ماده دی فنیل متان به عنوان مایع مرجع استفاده می شود. به منظور حذف خطاهای پیش بینی نشده، برای هر یک از غلظت‌ها، ۶ بار آزمایش انجام شده و میانگین آنها استفاده می شود. نتایج بدست آمده برای روش دستی و پردازش تصویر در جدول (۱) آورده شده است.

جدول (۱): نتایج حاصل از روش قدیمی کار با کاربر و روش پردازش تصویر

غلظت	T _{mean} Manual	T _{mean} IM-P
۵/۰۱	۶۸/۱۶	۶۸/۱۸۶۷
۶/۰۲	۵۵/۴۸	۵۵/۱۷۱۶
۸/۰۲	۳۵/۹۳	۳۵/۹۸۸۸
۱۰/۰۲	۳۷/۱۴	۲۷/۴۵۳۴
۱۲/۰۱	۲۲/۲۴	۲۲/۳۵۱۶
۱۳/۹۷	۱۹/۳۲	۱۹/۰۳۶۸

همانطور که در جداول فوق دیده میشود، با افزایش غلظت زمان سقوط کاهش می یابد. این کاهش با توجه به فرمول (۶) به صورت خطی صورت می گیرد.

با انجام مطالعات آماری بر روی داده‌های حاصل از کاربر و پردازش تصویر که مطابق با کتاب وگل انجام شده مویید این است که داده‌های حاصل از پردازش تصویر داری صحت و دقت بالاتری نسبت به داده‌های حاصل از کاربر دارد. با ثابت نگه داشتن یکی از غلظت‌ها و امتحان آن نقطه، خطای دو روش محاسبه شده و با هم مقایسه می شود. به عنوان مثال غلظت ۱۰/۰۲ مورد امتحان قرار می گیرد:

در روش دستی میانگین داده‌ها برابر ۱۰/۲۸۰۷ است و در روش پردازش تصویر این عدد ۱۰/۱۳۸۷ می باشد:

$$\text{درصد خطای روش دستی} = \frac{10.2807 - 10.02}{10.02} * 100 = 2,6\% \quad (7)$$

$$\text{درصد خطای روش پردازش تصویر} = \frac{10.1387 - 10.02}{10.02} * 100 = 1,16\% \quad (8)$$

همانطور که ملاحظه می شود دقت روش پردازش تصویر بیش از ۲ برابر افزایش یافته است.

۴- بحث و نتیجه گیری

روش سقوط قطره به دلیل خطای بالا، در عمل مورد استفاده قرار نمی گرفت، این روش در مقایسه با روش‌های دیگر از جمله FT-IR روشی ارزانتر و ساده تر است و عیب آن در خطای بالای آن است. روش FT-IR یک روش دقیق ولی بسیار گران قیمت و حساس است. لذا برای مواردی که دقت خیلی بالا مدنظر نیست استفاده از روش FT-IR مقرون به صرف نیست. لذا با بهبود دقت روش سقوط قطره بوسیله روش پردازش تصویر، این روش را می توان

در بسیاری از موارد جایگزین روش FT-IR کرد چون که هم هزینه کمتری دارد هم کار با آن ساده است و نیاز به آموزش‌های پیچیده ندارد.

مراجع

۱. ع. جمی، "آنالیز آب سنگین راکتور صفر قدرت (HWZPR)"، گزارش داخلی، پژوهشگاه کاربرد پرتو، اصفهان.
۲. H. Kimball, H. C. Urey, L. Kirshenbaum, "Bibliography of Research on Heavy Water Compounds", ۱st Edition, Hill Book Co, (۱۹۴۹).
۳. ع. جمی، "آنالیز آب سنگین راکتور صفر قدرت، اندازه‌گیری و تعیین غلظت آن"، گزارش داخلی، پژوهشگاه کاربرد پرتو، اصفهان.
۴. F. Jones, "Math & Calculus", Chapter ۱۳ Stokes' theorem, ۴th edition, Rise University, ۲۰۰۴
۵. "Heavy Water Concentration Analysis Technique", technical transfer Document, CIAE HWZPR Project Radiation Application School, Esfahan Nuclear Region.
۶. "Preparation technique of heavy water standard samples", prepared by Peck an university, ۱۹۷۶
۷. H. G. Barbour, W. F. Hamilton, "The Falling Drop Method for Determining Specific Gravity", J. Biol. Chem., Vol. ۶۹, ۶۲۵-۶۴۰, (۱۹۲۶).
۸. Connah, D., Westland, S. and Thomson, M.G., 'Recovery spectral information using digital camera system', IEEE Trans. Image Processing, vol ۱۱۷, no. ۶, pp. ۳۰۹-۳۱۲, ۲۰۰۱.