

电导探针法测量高固含体系循环液速和气含率

罗孜¹, 伍倩², 王铁峰¹, 韩梅², 于伟¹, 沙作良², 王金福¹

(1. 清华大学化学工程系, 北京 100084; 2. 天津科技大学海洋学院, 天津 300457)

摘要: 基于电导探针和示踪法, 开发了一种利用电导探针同时测量环流反应器中高固含体系下循环液速和局部气含率的方法. 利用2个单针电导探头测量脉冲注入KCl饱和溶液后两路电导信号的先后响应, 测得两路液体的停留时间分布曲线. 通过对单路信号进行幅值分析可以得到气含率, 与压差法相比测量值误差小于5%; 通过对过滤气泡信号后的液体的停留时间分布曲线进行相关处理可得到循环液速, 测量值与超声多普勒(UDV)的测量结果一致. 实验研究了外环流反应器中操作条件对气含率和循环液速的影响. 结果表明, 低表观气速下气含率沿径向分布较均匀, 高于0.1 m/s后逐渐呈抛物线型分布, 整体随表观气速增加而增大; 循环液速随表观气速增加近似线性增大, 随固含率增加而减小.

关键词: 电导探针; 高固含体系; 气含率; 循环液速; 环流反应器

中图分类号: TQ016

文献标识码: A

文章编号: 1009-606X(2008)05-0833-06

1 前言

浆态床反应器因其结构简单、易于放大、换热能力强、催化剂可在线更换等优点, 在石油化工、生物化工、能源工程和环境工程等诸多领域得到了广泛应用^[1]. 在费托合成、浆态床合成甲醇和一步法合成二甲醚等过程中, 浆态床反应器中催化剂的浓度对反应器效率有显著影响^[2], 因此, 研究高固含体系的流体力学行为具有重要的学术价值和工业价值. 然而, 目前国内外文献对这方面的报道很少, 一个重要原因在于测量困难, 很多传统的测量方法由于在高固含体系下存在局部颗粒堆积堵塞、测量仪器易损坏及测量对流场干扰大等问题, 导致测量误差增大甚至无法使用^[3].

多相流体系中液速的测量手段主要包括激光多普勒(LDV)、超声多普勒(UDV)、热线探针和示踪法等方法^[4]. LDV和UDV是非接触式测量, 通过测量随液相流动的微小颗粒的速度来间接测量液速, 前者要求测量介质有较高的透明度, 后者可用于固含率较高的条件, 但这两种方法均限于在低气含率条件下应用. 热线探针可测量局部液速, 但机械强度较差, 并在用于高气速和高固含等多相体系时的标定较复杂. 示踪法一般用于测量平均液速, 适用体系和范围较广, 可用于高气速和高固含等多相体系. 根据所用示踪剂种类不同, 示踪法分为着色、磁力、放射性、荧光、电导示踪等几种, 其中电导示踪法是适用于高固含浆态体系液速测量的优选方法, 该方法不需得到准确的电导率值, 只需测量体系电导率的相对变化, 就能通过相关信号处理得到液速.

黄雄斌等^[5]开发了一种双电极电导探针用于测量搅拌槽内高固含下的局部液速, 特点是双电极间距小, 示踪剂注入量小, 获得的信号中只有单个峰, 需要多次重复测量以减小误差. 一些生化过程的研究者^[6-9]在对气升式环流反应器作流体力学参数测量时, 选择双探头法, 这是由于环流反应器在轴向上近似平推流, 没有复杂的流场, 在考察上升管平均液速时采用电极距离较大的双探头法更有利于提高测量精度. Zhang等^[10]在研究浆态环流反应器的扩散行为时用电导示踪法测得了反应器的液体停留时间分布(Residence Time Distribution, RTD)曲线, 通过扩散模型的回归得到扩散系数和液速, 并在其后续工作中^[11]分析了信号白噪声对拟合参数的影响.

在电导示踪法中采用的探头通常是商业化的测量水体水质的电导率探头, 采用双电极片结构以增加采样的液相体积, 提高测量精度. 采用这种探头时, 要求体系没有气泡, 否则会造成很大误差. 若在探头的顶端加上丝网以阻隔气泡干扰, 则在高颗粒浓度下丝网对颗粒的拦截会导致探头局部颗粒堆积, 严重偏离测量的真实环境, 造成较大的测量误差.

本工作采用测量气泡行为的电导探针对双探头电导示踪法进行改进, 克服了电导率探头在高固含体系下使用的限制, 既得到了气含率, 又实现了液速的准确测量.

2 实验装置

实验在气升式外环流反应器中进行, 反应器结构如

图1所示,该冷态实验装置上升管和下降管高度分别为3200和2750 mm,内径均为100 mm.采用多孔板气体分布器,孔径1 mm,间距20 mm,开孔率为0.25%.实验在常温常压下进行,分别以空气、自来水和玻璃珠作为气相、液相和固相.玻璃珠平均直径83 μm ,密度2450 kg/m^3 .

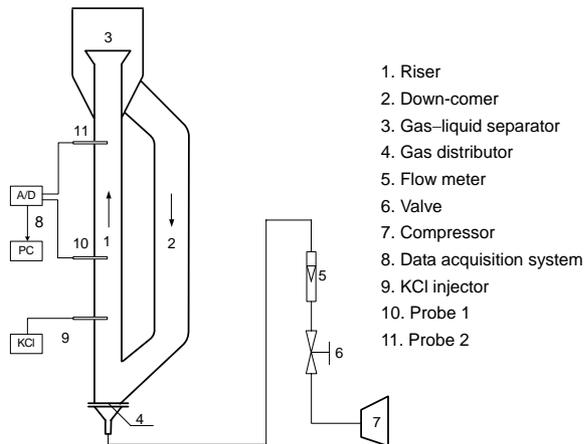


图1 实验装置示意图

Fig.1 Schematic diagram of experimental apparatus

在上升管距离气体分布器0.8 m处放置电解质溶液脉冲注射器,通过横向的8个小孔向反应器中注入KCl饱和溶液,流量约为20 mL/s,通过电磁阀控制脉冲注入0.5~1 s后足够引起下游电导信号响应.在脉冲注射器下游放置2个单针电导探头,间距 $H_0=1.17$ m.待流动稳定后打开检测系统进行采样,采样频率为10 Hz,经过几个次循环后结束采样并保存数据.

按注入示踪液的时间为1 s计算,注入量为20 mL,由于注射器横向8个小孔的结构,示踪液在径向上分散非常迅速,可认为示踪剂的加入对流场的影响在径向分布上没有作用.而轴向上计算可得示踪液对轴向流速的增加量约为0.0025 m/s,本工作测量的流速通常在0.4 m/s以上,故注入示踪液对测量结果的影响小于0.63%.以上是示踪剂第一次循环对流场的影响,而经过多次循环后,由于示踪剂在轴向上的扩散,其影响会逐渐减小,反应器内液体的总量为71 L,远大于示踪液注入量,故示踪剂的影响很小,示踪剂的加入对流动的影响可以忽略.

3 测量方法

3.1 测量原理

传统示踪法的原理是在流动上游脉冲注射电解质溶液,在下游的2个位置分别用电导率探头测量体系的电导率变化,通过对两路电解质溶液停留时间分布(RTD)

曲线进行分析,从而得到循环流速与液相扩散系数^[10].

探针法是一种已经比较成熟的用于测量气液、气液固体体系中气泡行为的方法,具有信号响应快、对流场干扰小等优点.利用双探针探头不仅可以测量局部气含率,还可以测量局部的气泡速度和气泡尺寸分布^[12].常用的探针有光纤探针和电导探针,其中光纤探针具有信号响应好、气泡刺破率高等优点,但机械强度较差,不能用于高气速和高固含条件下流动冲击力较大的体系.电导探针则具有很好的机械强度,可用于高气速和高固含体系气泡行为的研究,通过信号处理,可以从气泡信号得到气含率,再将气泡信号滤除,排除气泡对液相电导率变化测量的干扰,从而实现气含率和循环流速的同时测量.而电导率探头测量气液体系的流速时,气泡会对测量体积内的电导率有显著的影响,使测量误差增大,这在高气速下影响尤为明显;同时用于高固含气液固浆态体系时,还会引起固体颗粒堵塞探头.

3.2 电导探针与测量电路

实验采用2个单针电导探头,通过并联的两路分压电路,将探头等效电阻两端的电压信号送入A/D转换模块,由电脑在线采集数据.

电导探头结构和测量电路如图2和3所示.探头的针尖采用了合金细针,外部包裹一层绝缘材料,只有针尖部分露出,导电面积非常小,以增加探针的灵敏度.考虑到金属细针在高固含条件下可能存在机械强度问题,使用一个与探针绝缘的金属细管辅助固定,避免探针在流动冲击下产生晃动.探针与套管伸出金属外壳一定的长度,避免测量处的气泡在上升运动中受金属外壳的阻碍而偏离被探针刺破的方向.探针与金属外壳分别连接测量电路的负极与正极,避免电化学作用对探针造成腐蚀.当有气泡通过探针时,探针和金属外壳之间被气体隔开,形成短路,此时输出电压为5 V左右的高电压.当探头位于水中时,探针与金属外壳之间由水导通,通过调整分压电阻,使输出电压处于中位,即2~3 V.当向水中加入电解质溶液时,探针位于液相时的等效电阻比位于水中时,输出电压下降,从而可以测量注入电解质溶液后液相电导率的变化.两路信号的正极作为公共接地端,负极作为负电压信号输入数/模转换模块(A/D),经一定频率的采集获得数字信号输入PC本地储存.

3.3 探针信号分析

3.3.1 气含率

在测量体系中加入电解质脉冲后由电导探针测得的原始信号如图4所示.每个气泡峰的宽度就是气泡通过探针的时间,在各态遍历假设下,所有气泡峰的时间之和与总采样时间比等于针尖处的局部气含率.因此处

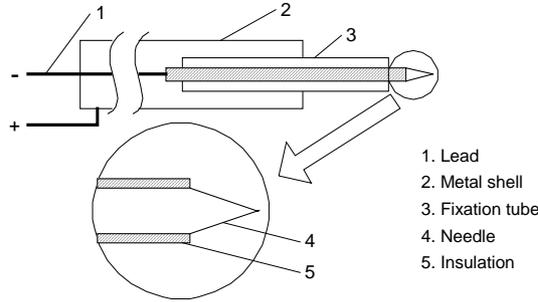


图 2 探针结构示意图
Fig.2 Schematic diagram of the probe structure

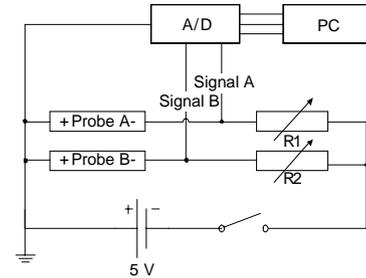


图 3 测量电路示意图
Fig.3 Schematic diagram of the measurement circuit

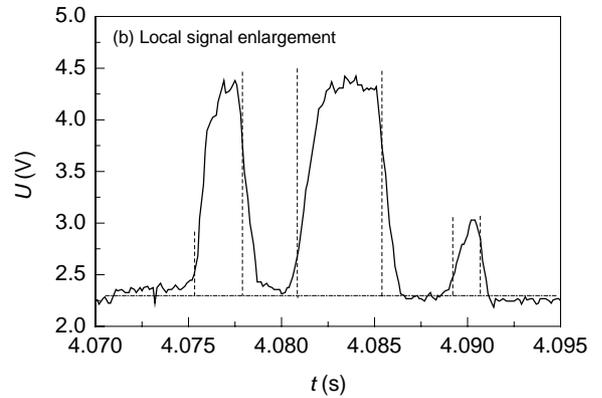
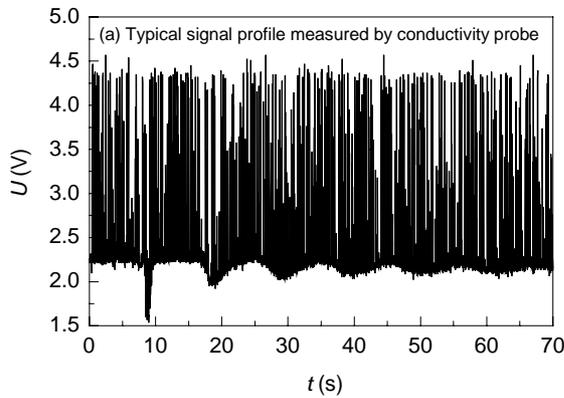


图 4 气-液-固浆态体系下电导探针的典型信号
Fig.4 Typical signal profiles measured by electrical conductivity probe in gas-liquid-solid slurry system

理气泡信号的重点就是如何确定每个气泡峰的宽度。
在理想情况下，信号只是在液相的低电压和气相的高电压之间突变，信号为方波。而实际上由于液体在针尖上的粘滞作用，探针刺入和刺出气泡时都会将气液界面向运动的反方向牵引，使经过探针的气泡产生一定程度的形变，导致测量到的电阻值变化并不是一个理想的突变，从而使信号峰的上升沿和下降沿出现倾斜^[13]。从图 4(b)放大后的局部气泡信号可以看到，信号峰的形状呈现三角形至梯形的变化，因此必须选定合适的阈值以确定气泡信号峰的宽度。
首先对每一个气泡峰作预处理，记录每个峰的位置、峰高和基线值。准确记录基线高度是非常必要的，因为基线本身包含了 RTD 信号，以一定频率作衰减振动，最终稳定的基线与测量刚开始时相比会发生一定的漂移。然后选择合适的阈值 m 和 $n(0 < m < 1, 0 < n < 1)$ ，对于每个气泡峰，当信号幅值大于 m 倍峰净高(峰高与所对应基线的差值)时认为探针从液相进入气泡，峰值之后信号减小至小于 n 倍峰净高时认为探针从气泡进入液相，由此得到在阈值 m 和 n 下的气泡峰宽，如图 4(b)虚线之间的宽度。

考虑到压差法在测量截面平均气含率时具有很好

的精度，本工作采用压差法对电导探针测得的气含率进行标定。在阈值 m 和 n 下得到所有气泡时间与总采样时间之比即为局部气含率。将截面不同径向位置的局部气含率进行积分平均，得到截面平均气含率。在探针截面处用压差法测得平均气含率，再与电导探针测量所得的平均气含率进行比较，从而确定合适的阈值 m 和 n 。
为了验证基线的低频振动对气含率处理结果的影响，截取部分原始信号进行气含率处理，再与完整的信号处理所得结果进行比较，结果如表 1 所示。

表 1 基线振动对气含率计算结果的影响
Table 1 Effect of base vibration on gas holdup

Inclusion of signal (%)	Gas holdup	Error
50	0.153 22	0.010 7
60	0.153 13	0.010 06
70	0.152 86	0.008 29
80	0.153 67	0.013 63
90	0.152 2	0.003 96
100	0.151 6	0

可见截取 50%~100% 不等的信号段后，处理得到的气含率误差在 1% 左右，可以认为基线的振动对气含率的 处理影响不大。

实验标定的结果如图 5 所示，图 5(a)为不同阈值下截面平均气含率随表观气速的变化关系，可以看出，当

阈值为 $m=0.1, n=0.8$ 时, 在所考察的气速范围内探针法测量值和压差法测量值基本重合, 说明所确定的阈值适用于较宽的操作条件; 图 5(b) 为电导探针法和压差法的

误差比较, 虚线为误差 5% 的界限, 可以看出阈值 $m=0.1, n=0.7$ 和 $m=0.1, n=0.8$ 时电导探针的测量值均在误差范围内。

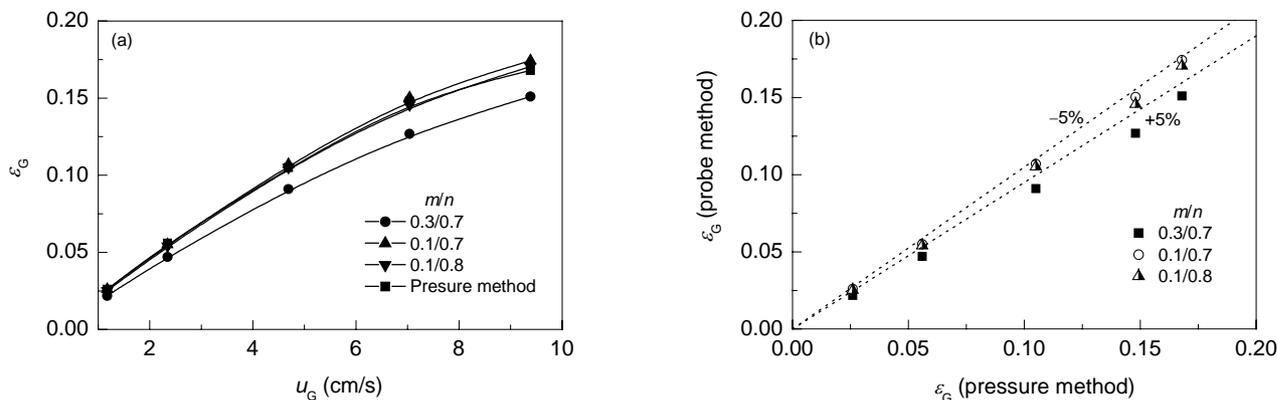


图5 不同阈值下电导探针测量的平均气含率与压差法测量值的比较
Fig.5 Comparison of gas holdup data between the measurements of electrical conductivity probe and pressure methods under different thresholds

3.3.2 循环液速

实验采集了在高固含体系中脉冲加入电解质后的电导率变化数据, 如图 6 所示. 可以看出, 由于电解质的加入, 信号的基线出现周期性的衰减振荡, 为 0.1 Hz 量级的低频信号; 同时还有随机出现的在高度和宽度上都有一定分布的气泡峰, 频率在 10~100 Hz. 在实际测量中, 气含率一般在 20% 以下, 因此气泡峰信号占有信号的 20% 以下, 即采样点大多集中在基线附近. 取一小段信号进行幅值分布分析, 幅值分布函数最大值所对应的幅值即为基线值. 将信号部分重叠式分段进行以上处理, 得到各时间点所对应的基线值, 这样就去除了气泡信号. 去除气泡信号后的基线即为典型的电导示踪信号, 如图 6 所示.

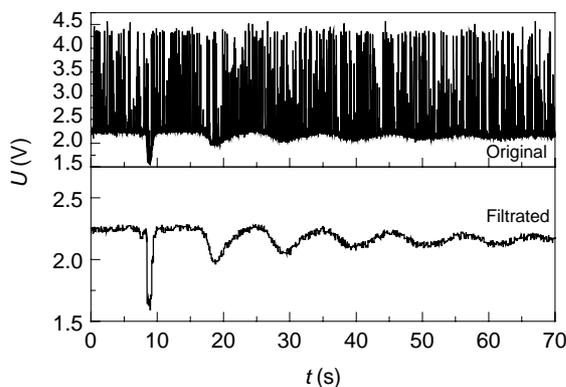


图6 滤波后得到的电导探针原始信号
Fig.6 Typical signal profile measured by electrical conductivity probe after filtering

对两路电导探针所采集的信号分别进行上述处理, 可得到两路有一定时间差的相似信号, 如图 7(a) 所示. 由于两电导探头的间距已知, 若能得到两路信号的时间差, 即可确定液速. 对两路信号作相关度处理, 将信号 B 向左位移时间 τ , 则函数 $f(\tau) = \|U_A(t) - U_B(t - \tau)\|^2$ 为 τ 的函数, 如图 7(b) 所示. 该函数在 Δt 处存在最小值, 此值即为 A, B 两路信号的时间差. 已知两电导探头的间距 H , 则两探头之间的平均液速 $U_L = H/\Delta t$.

对于浆态床循环反应器, 上升管和下降管中的流动近似为平推流, 即在径向上呈抛物线型分布, 轴向上无巨大变化, 故两探头间的平均液速可认为是上升管的主体平均液速. 而对于其他一些局部流动复杂的反应器如搅拌床, 或内部构件较复杂的情况, 示踪液混合行为复杂, 不能得到明确的信号峰. 且两探头间的平均液速不能表征反应器内的流动特性, 故此法不适用于主流方向有明显变化的反应器体系.

由于该法传统双探头法的改良, 信号采集系统也相似, 因此两者可用同样的标定方法. Dhaouadi 等^[14,15]在测量气升式外循环床的 RTD 曲线时采用了热示踪法和超声多普勒对盐示踪法的测量结果进行对比. 本工作对气液体系或低固含外环流反应器中的液速采用超声多普勒仪 (UDV) 进行标定, 图 8 所示是 UDV 和双探头法测量结果的比较, 可以看出两者所测的液速是一致的.

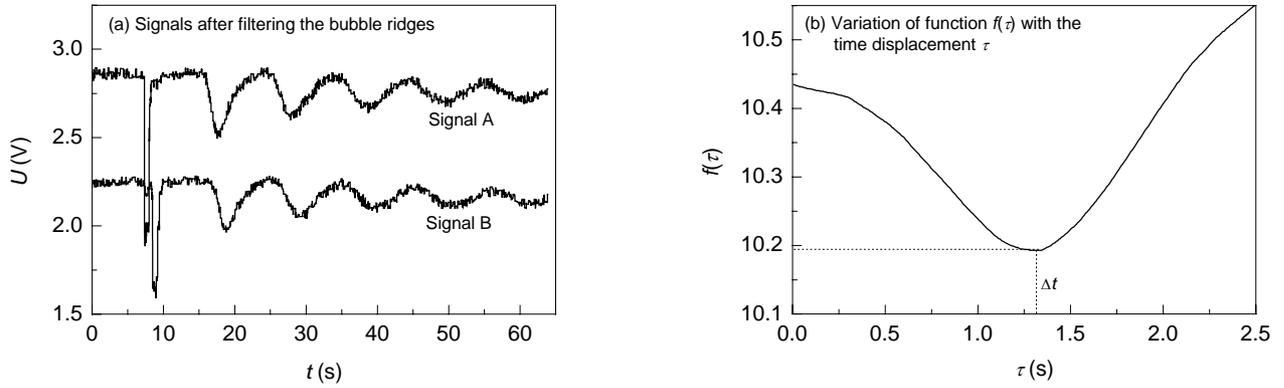


图 7 两路电导信号的相关处理
Fig.7 Correlation of two-way conductivity signals

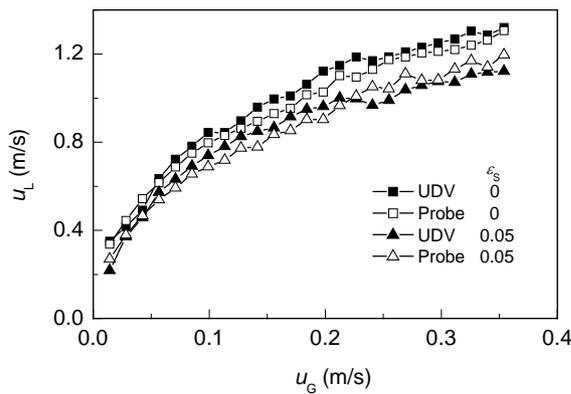


图 8 UDV 与电导双探头法测量液速的比较
Fig.8 Comparison of liquid circulation velocities measured by UDV and dual conductivity probes

4 结果与讨论

4.1 气含率径向分布

图 9 给出了表观气速对气液体系中局部气含率径向分布的影响。可以看出，气含率沿径向呈抛物线型分布，低气速下径向分布更为均匀。随表观气速增加，各径向位置的气含率均增大。这与 Wu 等^[16]在鼓泡床中研

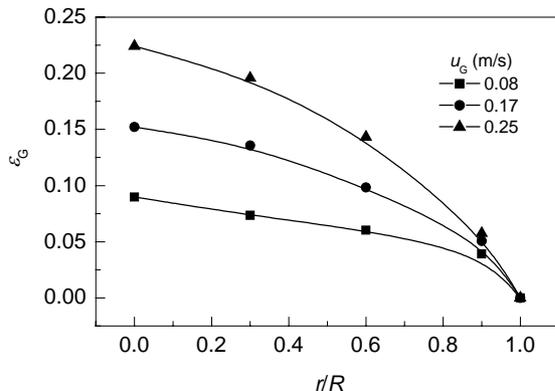


图 9 表观气速对气含率径向分布的影响
Fig.9 Effect of superficial gas velocity on radial distribution of gas holdup

究的气含率径向分布规律一致。

4.2 循环液速

图 10 给出了表观气速和固含率对高固含体系循环液速的影响，同时给出了气液两相体系的测量结果作为对照。从图可看出，循环液速随表观气速增加而增大，在高气速条件下增加趋势更为明显。在相同的表观气速下，循环液速随着固含率的增加而减小，且在固含率较高时减小趋势变缓。实验结果还表明，测量结果的变化趋势一致性很好，测量值重复性好，说明了该测量方法具有很高的可靠性。

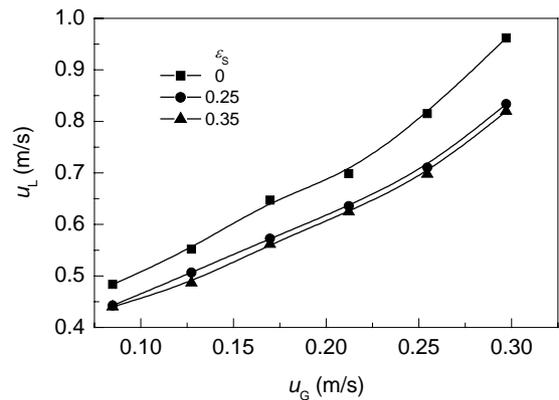


图 10 高固含下循环液速随表观气速的变化
Fig.10 Effect of superficial gas velocity on liquid circulation velocity in high solid concentration system

5 结论

基于电导探针和双探头电导示踪法，开发了一种利用电导探针同时测量高固含体系下循环液速和局部气含率的方法，利用此方法对高固含下环流反应器的气含率和循环液速进行了实验研究，主要结论如下：

- (1) 该方法适用于气升式环流反应器这类主流方向流速变化不大的体系。
- (2) 利用电导探针作为电解液示踪法的测量探头，

很好地解决了高固含体系测量时的气泡干扰、颗粒堆积堵塞等问题,通过信号处理,既能得到气泡信息,也能得到示踪信息,从而实现了气含率和循环液速的同时测量。气含率测量值与压差法测量值的误差小于5%。

(3) 加入电解液示踪剂后,基线振荡的频率比气泡出现的频率低几个数量级,对气泡信号的处理影响不大。示踪剂加入后在径向迅速分散,轴向上对液速的改变小于0.63%,故示踪剂对流动的影响可以忽略。

(4) 在浆态外环流反应器中,表观气速低于0.1 m/s时气含率沿径向分布较均匀,高于0.1 m/s后逐渐呈抛物线型分布,整体随表观气速增加而增大;循环液速随表观气速增加近似线性增大,表观气速高于0.25 m/s后上升率略增,整体随固含率增加而减小。

符号表:

H	探头间距 (m)	m	气泡峰前阈值
n	气泡峰后阈值	r	径向位置 (m)
R	反应器半径 (m)	t	测量采样时间 (s)
Δt	两路信号的时间差 (s)	u	表观速度 (m/s)
U	输出信号电压压差 (V)	ε	体积相含率
τ	信号相关处理中的时间位移 (s)		

下标:

G	气体	L	液体
S	固体		

参考文献:

- [1] Fields P R, Slater N K H. Tracer Dispersion in a Laboratory Airlift Reactor [J]. Chem. Eng. Sci., 1983, 38(4): 647-652.
- [2] Krishna R, Sie S T. Design and Scale-up of the Fischer-Tropsch Bubble Column Slurry Reactor [J]. Fuel Process. Technol., 2000, 64(1/3): 73-105.
- [3] Liu M L, Wang T F, Yu W, et al. Hydrodynamics of a Slurry Airlift Reactor at High Solid Concentrations [J]. Chem. Eng. Sci., 2007, 62(24): 7098-7106.
- [4] Boyer C, Duquenne A M, Wild G. Measuring Techniques in Gas-Liquid and Gas-Liquid-Solid Reactors [J]. Chem. Eng. Sci., 2002, 57(16): 3185-3215.
- [5] 黄雄斌, 包雨云, 施力田, 等. 应用电导探针测定固-液两相流的局部速度 [J]. 高校化学学报, 1995, 9(2): 187-190.
- [6] Hwang S J, Cheng Y L. Gas Holdup and Liquid Velocity in Three-phase Internal-loop Airlift Reactors [J]. Chem. Eng. Sci., 1997, 52(21/22): 3949-3960.
- [7] Garcia-Calvo E, Letón P. Prediction of Gas Hold-up and Liquid Velocity in Airlift Reactors Using Two-phase Flow Friction Coefficients [J]. J. Chem. Technol. Biotechnol., 1996, 67: 388-396.
- [8] Bentifraouine C, Xuereb C, Riba J P. An Experimental Study of the Hydrodynamic Characteristics of External-loop Airlift Contactors [J]. J. Chem. Technol. Biotechnol., 1997, 69: 345-349.
- [9] Freitas C, Fialova M, Zahradnik J, et al. Hydrodynamics of a Three-phase External-loop Airlift Bioreactor [J]. Chem. Eng. Sci., 2000, 55(21): 4961-4972.
- [10] Zhang T W, Wang T F, Wang J F. Mathematical Modeling of the Residence Time Distribution in Loop Reactors [J]. Chem. Eng. Process., 2005, 44(11): 1221-1227.
- [11] Zhang T W, Wang T F, Wang J F. Application of Residence Time Distribution for Measuring Fluid Velocity and Dispersion Coefficient [J]. Chem. Eng. Technol., 2007, 30(1): 27-32.
- [12] 高正明, 王英琛, 施力田, 等. 应用电导探针法测定气泡参数 [J]. 化学反应工程与工艺, 1992, 8(1): 105-110.
- [13] 孙科霞, 张鸣远, 陈学俊, 等. 应用双头电导探针技术测量气液两相泡状流局部参数 [J]. 计量学报, 1999, 20: 297-303.
- [14] Dhaouadi D, Poncin S, Hornut J M, et al. Hydrodynamics of an Airlift Reactor: Experiments and Modeling [J]. Chem. Eng. Sci., 1996, 51(11): 2625-1630.
- [15] Dhaouadi D, Poncin S, Hornut J M, et al. Mass Transfer in an External-loop Airlift Reactor: Experiments and Modeling [J]. Chem. Eng. Sci., 1997, 52(21/22): 3909-3917.
- [16] Wu Y, Boon Cheng Ong, Al-Dahhan M H. Predictions of Radial Gas Holdup Profiles in Bubble Column Reactors [J]. Chem. Eng. Sci., 2001, 56(3): 1207-1210.

Measurement of Liquid Circulation Velocity and Gas Holdup in a System at High Solid Concentration with an Electric Conductivity Probe

LUO Zi¹, WU Qian², WANG Tie-feng¹, HAN Mei², YU Wei¹, SHA Zuo-liang², WANG Jin-fu¹

(1. Department of Chemical Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China;

2. College of Marine Science and Engineering, Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300457, China)

Abstract: A measurement method of liquid circulation velocity and local gas holdup at high solid concentration in an airlift reactor simultaneously was developed, based on two probes of electrical conductivity tip and tracing method. Two residence time distribution (RTD) curves were obtained by measuring the concentration changes of tracer (saturated solution of KCl) injected into the riser by using two probes. The gas holdup was obtained by analyzing one RTD curve, with an average discrepancy within 5%. The liquid circulation velocity was determined by correlation of the two RTD curves after filtering bubble signals, and the results were consistent with the values measured by ultrasound Doppler velocimetry. The effects of operating conditions on gas holdup and liquid circulation velocity were investigated in an external-loop airlift reactor. The results show that the gas holdup increases with increasing superficial gas velocity, and the radial distribution of gas holdup is uniform with the superficial gas velocity less than 0.1 m/s, however, parabolic distribution with the superficial gas velocity larger than 0.1 m/s. The liquid circulation velocity increases almost linearly with increasing superficial gas velocity, and decreases with increasing solid holdup.

Key words: electrical conductivity probe; high solid concentration; gas holdup; liquid circulation velocity; loop reactor