



DOI: 10.16085/j.issn.1000-6613.2018-1327

## 多相反应器的非均相特性测量技术进展

李向阳<sup>1</sup>, 王浩亮<sup>1,2</sup>, 冯鑫<sup>1</sup>, 陈杰<sup>1</sup>, 毛在砂<sup>1</sup>, 李国征<sup>1</sup>, 杨超<sup>1,2</sup>

(<sup>1</sup>中国科学院过程工程研究所, 中国科学院绿色过程与工程重点实验室, 北京 100190; <sup>2</sup>中国科学院大学化学工程学院, 北京 100049)

**摘要:** 为了增大传质和传热面积, 多相反应器中分散相通常以颗粒形式(气泡、液滴或固体颗粒)分散、运动于连续相流体中, 与周围的连续相及其他分散相颗粒的相互作用使颗粒和颗粒群呈现复杂的时空非均相行为。多相反应器中非均相特性的准确描述是发展准确的反应器模型、进行定量诊断分析和优化设计高效反应器的必要基础。本文总结了多相反应器中颗粒和颗粒群的复杂时空行为, 提出了当前多相反应器非均相特性测量正面临的在线测量、高分散相浓度和高分散相等主要难题; 综述了多相反应器测量技术研究的进展, 指出了PC和PV等光纤测量技术是较经济的高浓度两相反应器的在线测量技术, 而侵入式照相法测量结果更准确, 具备解决上述测量难题方面的可行性, 具备较好的应用前景, 但要实现工业在线测量仍存在一些高难度的技术问题需要解决。

**关键词:** 测量仪器; 多相反应器; 粒度分布; 浓度; 流场; 颗粒群

中图分类号: TQ056.1

文献标志码: A

文章编号: 1000-6613 (2019) 01-0045-27

## Progresses in measurement technologies of heterogeneous characteristics in multiphase reactors

LI Xiangyang<sup>1</sup>, WANG Haoliang<sup>1,2</sup>, FENG Xin<sup>1</sup>, CHEN Jie<sup>1</sup>, MAO Zaisha<sup>1</sup>, LI Guozheng<sup>1</sup>, YANG Chao<sup>1,2</sup>

(<sup>1</sup> CAS Key Laboratory of Green Process and Engineering, Institute of Process Engineering, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190; <sup>2</sup> School of Chemical Engineering, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049)

**Abstract:** In order to increase the mass/heat transfer area, the dispersed phases in multiphase reactors are usually dispersed into the continuous phase fluid in the form of particles (bubbles, droplets or solid particles). The interactions with the surrounding continuous phase and other dispersed phase particles make the particles and particle swarms present the complex temporal and spatial heterogeneous behaviors. It is the essential basis to describe accurately these heterogeneous characteristics for modeling accurately, diagnosing quantitatively and optimizing multiphase reactors. In this work, the complex temporal and spatial heterogeneous behaviors of particles and particle swarms in multiphase reactors are summarized and three main measurement problems, *i. e.*, on-line, dense dispersed phase and multi-dispersed phase measurements are put forward in multiphase reactors. The progresses in the measurement techniques of multiphase reactors are summarized. It is pointed out that the optical fiber measurement

收稿日期: 2018-06-27; 修改稿日期: 2018-10-18。

基金项目: 国家重点研发计划(2016YFB0301701); 国家自然科学基金(21427814, 21878297, 91534117); 中国科学院前沿科学重点研究项目(QYZDJ-SSW-JSC030); 中国科学院科研装备研制项目(YZ201641); 恩泽生物质精细化工北京市重点实验室开放课题项目。

第一作者: 李向阳(1980—), 男, 博士, 副研究员, 研究方向为多相反应器测量仪器和方法。E-mail: xyli@ipe.ac.cn。

通信作者: 杨超, 研究员, 研究方向为反应器工程和绿色化工。E-mail: chaoyang@ipe.ac.cn。

引用本文: 李向阳, 王浩亮, 冯鑫, 等. 多相反应器的非均相特性测量技术进展[J]. 化工进展, 2019, 38(01): 45-71.

**Citation:** LI Xiangyang, WANG Haoliang, FENG Xin, et al. Progresses in measurement technologies of heterogeneous characteristics in multiphase reactors[J]. Chemical Industry and Engineering Progress, 2019, 38(01): 45-71.

techniques such as PC and PV probes are more economical for on-line measurement of the dense two-phase reactors, while the invasive photography technology is more accurate. It provides the feasibility to solve the above measurement problems and has a good applicable prospect. However, there are still some technical problems to be solved in order to realize the industrial on-line heterogeneous measurement of multiphase reactors.

**Keywords:** measuring instrument; multiphase reactor; particle size distribution; holdup; flow field; particle swarm

多相反应器也叫非均相反应器,指反应器中包含两种或两种以上相态的物料(气-液、气-固、液-液、液-固、液-液-固或气-液-固等)。具体的反应器形式有搅拌槽、鼓泡床、流化床、板式塔、萃取塔、撞击流反应器、喷射式反应器、旋转填充床等,广泛应用于化工、石油化工、生物化工、食品加工、制药和轻工等领域。多相反应器中一般除了有一个连续相以外,其他物相通常以分散相颗粒的方式存在(广义的分散相颗粒为固体颗粒、液滴或气泡,如无特指,后文统称为颗粒),以增大相界面面积,促进相间传递过程的速率和多相化学反应的速率<sup>[1]</sup>。

早期多相反应器设计多是从反应器宏观性质方面进行着手,如功率消耗、平均气含率、临界悬浮特性和传质特性等,再由这些宏观性质数据得到与操作条件等的关联式,来指导反应器的设计、优化和放大,但这些关联式只能在一定的操作条件和特定结构的反应器中才适用<sup>[2]</sup>。这是由于这些关联式一般不能反映多相流体在时间和空间分布的不均匀性、流动状态的多样性,即多相反应器的非均相特性,而这些信息常常是决定多相流体之间传质、传热特性以及反应过程好坏的关键参数,与产品质量也有着直接的对应关系。然而,通过将小尺度反应器上获得的关联式直接应用到工业尺度时,由于放大效应,使得工业尺度的反应器很难达到小尺度中的流动、混合、传递和反应效果。不同的多相体系、不同的过程和不同的反应器结构,使颗粒和颗粒群表现出了团聚、界面拓扑变化、破裂分散与聚并等复杂非均相动态过程,这些过程决定着颗粒的相含率分布、粒径分布、相接触界面面积以及在反应器内的非均相分散状态。对这种颗粒复杂时空非均相行为的准确描述,是发展准确的反应器模型、进行定量诊断分析和优化设计高效反应器的必要基础。

近年来取得了长足进步的计算流体力学(computational fluid dynamics, CFD)能够提供更多

的多相反应器内的流动细节,可以更好地描述颗粒、颗粒群的分布和非均相流体力学行为,在辅助反应器设计方面起到了越来越重要的作用。多相反应器的CFD模拟实用性和准确性都在不断提高,如王铁峰<sup>[3]</sup>提出了把气泡群的曳力系数与单气泡曳力系数用一个气含率的函数关联起来,实现了更准确的鼓泡床模拟。Feng等<sup>[4]</sup>发展了一种显式代数应力模型(explicit algebraic stress model, EASM),并将其扩展到液固<sup>[5]</sup>和液液<sup>[6]</sup>两相流的模拟,模拟结果接近大涡模拟(large eddy simulation, LES)的精度,同时计算时间大幅缩短,工程适用性显著提高。尽管如此,多相反应器的实验测量仍然非常重要,这是因为:①现有的多相反应器模型常常是基于单颗粒运动获得的相间作用模型或在其基础上的修正模型,在模拟低相含率反应器时准确性较好,但在模拟高相含率反应器时存在较大偏差<sup>[7]</sup>,需借助先进的实验测量技术,深入认识高分散相浓度(相含率)的颗粒群动力学过程机理,并将其耦合到反应器模型中,以提高反应器模型的通用性和模拟的准确性<sup>[8]</sup>;②多相反应器模拟需要反应器实验数据尤其是验证局部性质分布数据,但是由于研究和应用的限制<sup>[9]</sup>,目前非常缺少工业反应器条件(高相含率、高温高压和强湍流等)的局部性质分布数据;③另外由于现有技术无法分辨两种或两种以上不同物质类型的颗粒,三相反应器(如气-液-固三相)的局部非均相特性数据也极度缺乏<sup>[10]</sup>。

本文总结了多相反应器中颗粒和颗粒群的复杂时空行为,提出了反应器非均相特性实验测量面临的主要难题,综述了多相反应器测量技术研究的进展,指出了解决非均相特性测量难题的研究方向。

## 1 多相反应器的非均相时空特性

在多相反应器中,颗粒以某种形式“悬浮”在连续相流体中,分散相和连续相流体之间存在着复杂的相互作用,如图1所示,常见的相间作用力有曳力、升力、虚拟质量力、Basset力等<sup>[11]</sup>。虽然它

们的机理各不相同，但这些力共同作用决定了颗粒、颗粒群在多相反应器中的非均相时空特性。例如在气液搅拌槽反应器中，在低转速或高气速条件下，浮力占主导，气泡由气体分布器进入反应器后直接沿搅拌轴附近上升至液面[图 2(a)<sup>[12]</sup>]。这种流动状态称为气泛，属于比较糟糕的操作状态，气泡尺寸大、气液传质面积小、气泡停留时间短。逐渐增大搅拌转速或降低通气速率，曳力的作用逐渐增大，气泡逐渐开始有径向分散，同时气泡尺寸减小，气液传质得到改善[图 2(b)<sup>[12]</sup>]。进一步增大搅拌转速或降低通气速率，曳力的作用逐渐占据主导，气泡随流体在整个搅拌槽内循环分散，形成完全分散状态[图 2(c)<sup>[12]</sup>]。此时，气泡尺寸小、气液传质面积大、气泡停留时间长，属于较理想的操作状态。由此，反应器构型和操作条件决定了反应器内的整体流型，确定了颗粒和连续相相互作用的形式；而两相间的相互作用导致了颗粒在连续相中的分布（粒径、相含率和速度等）和各种不同形式的非均相时空行为（团聚、界面拓扑变化、破裂分散与聚并等）；而颗粒分布和时空行为与化学反应的效果密切相关，直接影响过程效率和产品质量，是多相反应器性能的直接反映。毛在砂<sup>[1]</sup>将颗粒和反应器的关系总结为：“一方面颗粒是在反应器内的宏观多相流动形成的局部环境中运动、传递和反应的，反过来，颗粒的介观尺度上的性能在全反应器的积分则是反应器的总体操作特性”。

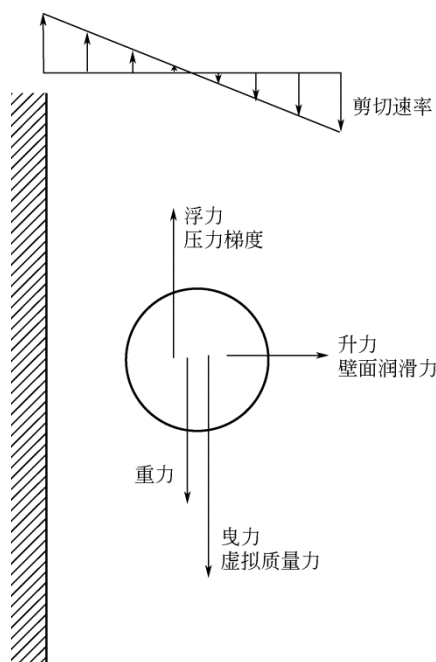


图 1 多相反应器中颗粒受力分析<sup>[11]</sup>

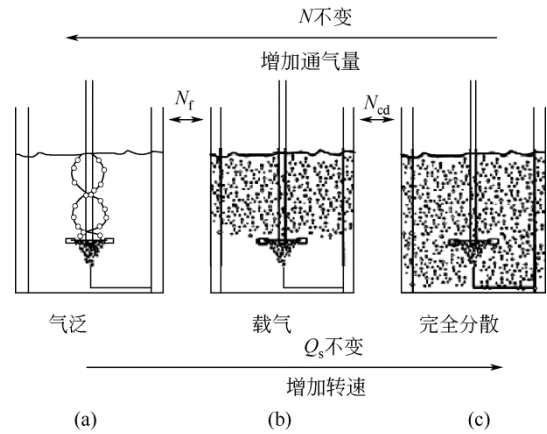


图 2 气液搅拌槽反应器中流型变化<sup>[12]</sup>

### 1.1 相间作用力

如前所述，颗粒和连续相相间作用力种类很多，机理各不相同，无论采用哪种方式逐一获得各个力的大小非常困难。早期的研究多是基于单颗粒运动，研究最多的是颗粒运动形态、颗粒形状与流动的关系<sup>[13-16]</sup>。根据气泡雷诺数不同，将不同大小的气泡分为不同的流动区域，即 Stokes 区、黏性区、变形区和强变形区，通常给出各区中曳力系数的关联式<sup>[17-18]</sup>。实际上颗粒常常在多种机理的力的共同作用（合力）下运动，而在别的力存在下颗粒所受的曳力很难界定和测量。因此，Zhang 等<sup>[19]</sup>通过高速摄像研究单个气泡在非牛顿流体中上浮的加速运动，成功地关联得到了气泡运动的相间作用力合力。实际上，为了提高过程工业设备的利用效率，多相体系中分散相颗粒的粒数密度都比较高，因此颗粒的运动和传递过程都伴随着颗粒间的相互影响。颗粒有时互相接触、碰撞，但即使互不接触，临近的颗粒也会改变连续相流体在颗粒周围流动的方式，也间接地影响了颗粒的操作性质<sup>[1]</sup>。许多研究者利用先进的实验和数值模拟技术将群效应的影响包含到单颗粒曳力模型中<sup>[13,15,20-26]</sup>。Lane 等<sup>[7]</sup>比较了各种气-液相间作用模型，结果表明：当气含率低于 5% 时，各模型预测结果偏差不大；随气含率增大，各模型偏差越来越大（图 3）。

由于多相流体流动的复杂性和测试手段的限制，现阶段很难通过实验手段详细测量颗粒和连续相相间作用力。Mao 等<sup>[27-28]</sup>采用了一种单元胞模型（cell model）来研究颗粒间的相互影响，其基本思想是将稠密的颗粒群看作完全相同的平均单元（cell）的集合，每个单元包含一个中心颗粒，外面包围着每个颗粒平均分配到的连续相流体层，只需

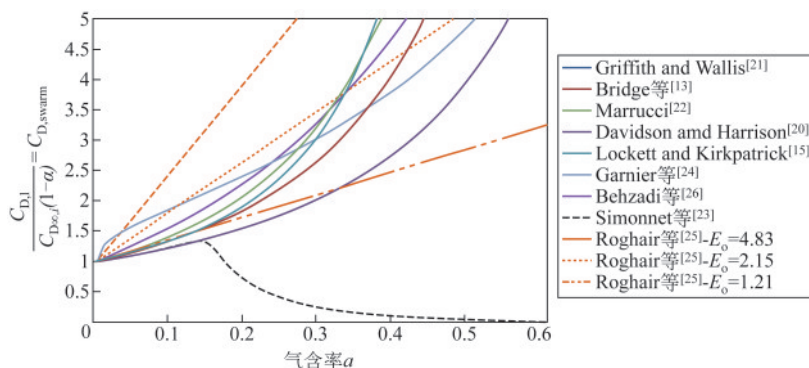


图3 气含率对曳力的影响<sup>[7]</sup>

研究这样的 1 个典型单元。到目前为止，大多数关于颗粒群的研究实际上是关于均匀分布的颗粒群。然而，实际场合中颗粒群一般是不均匀的，颗粒聚团的曳力系数和均匀颗粒群及单个颗粒的曳力系数都是不相同的（图 4）<sup>[29]</sup>。Lau 等<sup>[30]</sup>采用直接数值模

拟的方法（front-tracking model）模拟了单个孤立的气泡和气泡群中气泡的上升，用局部气含率封闭了曳力模型，并将其耦合到 Euler - Lagrange 模型中，采用该模型模拟了气液鼓泡塔，模拟准确性得到显著改善（图 5）。

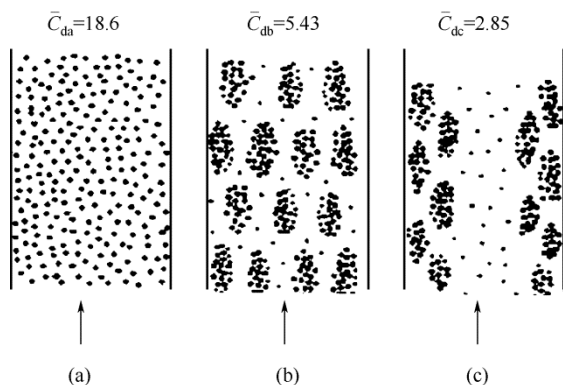


图4 颗粒分布的不均匀性对曳力系数的影响<sup>[29]</sup>

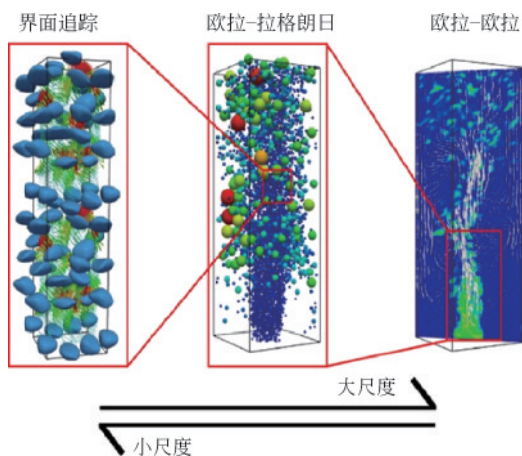


图5 气液多尺度模型方法<sup>[30]</sup>

### 1.2 颗粒和颗粒群的时间非均相特性

多相流比单相流要复杂许多，既有气泡或液滴内部运动以及与连续相之间的相对运动、相界面运动，又会出现气泡、液滴和颗粒之间的碰撞、破裂分散、聚并、聚集等过程。因此，多相反应器内的

过程尤其是间歇操作过程中，颗粒和颗粒群在连续相中的运动是一个动态的、非稳态过程。以反应结晶过程为例，反应结晶是多相化学反应工程中的一个典型单元操作，在物质分离、特定晶型的药品的制备和废水中污染物的去除等领域应用广泛<sup>[31]</sup>。在不同的物理（流体力学等）和化学（组分组成等）环境下，反应结晶过程的控制步骤可能改变，表现出不同的结晶行为。典型的反应结晶过程主要包括 3 个步骤<sup>[32]</sup>：①离子对、复合物和团聚体（由溶剂化的离子和分子结合而成）的去离子化；②团聚体形成晶核；③晶核生长为晶体。反应结晶过程更是一个复杂的传热、传质过程，在不同的物理和化学环境下，结晶过程的控制步骤和表观结晶现象也丰富多彩<sup>[33]</sup>。以多晶型生物药和药物中间体（如球蛋白、多肽和氨基酸等）为例，晶型对药物制剂成型、稳定性和生物利用度影响非常大<sup>[34]</sup>。不同晶型产品的生物利用度和疗效差别大，甚至从良药变成毒药<sup>[35]</sup>。多晶型药物除对粒径分布（crystal size distribution, CSD）、粒度大小和形貌有严格要求，还需控制产品中目标晶型的含量。产品晶体特性与体系的混合状态密切相关<sup>[36]</sup>。进料方式、进料速率、搅拌转速、结晶器构型等都会影响体系的混合状况，进而直接影响药物的局部过饱和度分布和局部溶剂的组成，并最终极大地影响晶体粒径大小、分布、不同晶型含量等药物产品性质<sup>[37-39]</sup>。因此，对结晶过程进行实时的在线监测对控制产品质量、实现过程控制有着十分重要的意义。具体的监测包括：在第一阶段监测和分析溶液中的杂质、聚结、

液滴和气泡等;成核阶段需要测量晶核浓度和尺寸分布;晶体生长阶段需要实时监测晶体生长的粒径和粒数分布、悬浮液的流动性等<sup>[40]</sup>。

连续过程中设备多运行在稳定的工作状态,间歇过程实际操作条件往往会和设定的生产方案有所区别,操作条件微小的变化可能给整个生产带来不可估量的损失,轻则影响整个批次的产品质量,重则会影响到整个工厂的安全问题<sup>[41]</sup>。如何更预见性地察觉这些微小变化和防止事故发生,最关键的就是对过程状态进行在线检测和分析。传统的过程控制多是一种被动的售后控制方式,因为离线分析不仅存在着严重的滞后,同时获得的信息也有一定的偏差,无法满足在线实时控制和动态优化操作的要求<sup>[42]</sup>。美国食品药品监督管理局发布了针对过程分析技术的指导性文件,将过程分析技术(process analysis technology, PAT)定义为“一个通过及时测量原料、过程中物料和过程本身的关键质量指标来实现设计、分析和生产控制的系统,目的是确保最终产品的质量”<sup>[43]</sup>。根据获得方式与生产过程距离的不同可分为近线(at-line)、在线(on-line)和线内(in-line)测量3种,由于翻译的不同,这3种也可统称为在线测量<sup>[42]</sup>。

### 1.3 颗粒和颗粒群的空间非均相分布

在多相反应器尤其是大型反应器中,由于不同能量输入方式和反应器结构导致反应器内部流动的不均匀性,温度、浓度、流速、相含率等状态变量都是空间坐标的函数。Lucas等<sup>[44]</sup>发现湍流鼓泡塔中存在大螺旋、过渡流和贯穿整个系统的涡结构(图6)。高正明等<sup>[45]</sup>用六直叶涡轮桨研究搅拌槽内气泡局部平均尺寸分布规律,上循环区的气泡尺寸最大、下循环区次之、叶轮区最小。Vlaev等<sup>[46]</sup>采用电导探针测量局部气含率,得到有黏弹性流体搅拌槽内的气体分散规律。认为气体的分散是高度不均匀的,这一不均匀性与流体的弹性、黏性应力速率和流体流型有关。在反应器中部,气含率比较低,这是因为由环流流体的黏弹性形成的流型阻止气体的扩散,非均匀性对多相反应中的质量传递有很重要的影响。Li等<sup>[29]</sup>指出流态化反应器中存在着复杂的多尺度结构,颗粒群一般是不均匀的,存在着稠密颗粒群和稀疏颗粒群(图4)。

颗粒性质的空间分布对过程效率有重要影响,科学认识这种空间分布的不均匀性对于反应器优化、过程控制有重要意义。例如在矿物浮选过程中,气泡尺寸的分布非常重要,因为其和相界面积

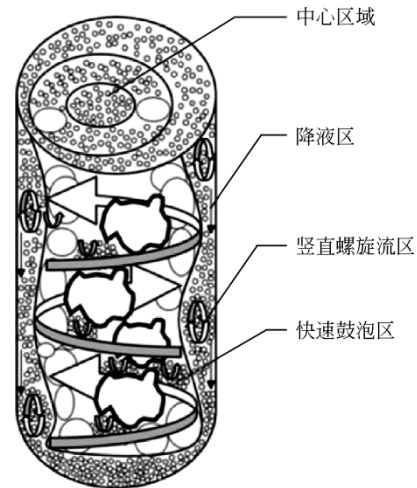


图6 鼓泡床湍流鼓泡流结构<sup>[44]</sup>

密切相关<sup>[47-48]</sup>,采用微细气泡可以显著提高小矿物颗粒的捕集率<sup>[49]</sup>。Calderbank<sup>[50]</sup>认为气泡或液滴的破碎是湍流波动和表面张力共同作用、相互平衡的结果。对搅拌槽的数值模拟也发现搅拌槽内能量耗散率分布非常不均匀<sup>[51]</sup>,禹耕之等<sup>[52]</sup>巧妙利用这种分布,设计了一种随轴旋转的加料器,使其加料位置在搅拌桨叶处随轴的转动同步分布。与传统液体分布器相比,其特征在于将流体给料点布置在搅拌桨的最大功率耗散点,加强了多相混合能力,缩短了混合时间,提高了宏观和微观混合效果,降低副反应,同时也可起到减小气泡或液滴等初始粒径的作用,从而强化相间传递过程。Wang等<sup>[53]</sup>在层流状态下操作的搅拌槽中发现:通过搅拌桨叶片传递的能量在流动中引入小扰动来触发混沌的产生,流体可以通过混沌平流产生复杂的路径,在搅拌桨上下两个位置同时产生两个共存的受限混合区域,利用这种现象可以将颗粒富集在受限混合区域,从而实现两相的高效分离。

### 1.4 高浓度非均相体系的测量

多相反应器内颗粒浓度(相含率)常常会比较 高,一般体积分率可达10%~30%。例如,重要工业应用对二甲苯(PX)氧化制对苯二甲酸<sup>[54]</sup>、煤的直接液化<sup>[55]</sup>、液相费托合成<sup>[56]</sup>、液相甲醇合成<sup>[57]</sup>、二甲醚(DME)合成<sup>[58]</sup>和烃类羰基化反应<sup>[59]</sup>,都需要增大表观气速,形成剧烈湍动的鼓泡流和高气含率(>15%,体积分数)。在微生物细菌浸矿时固体质量含率超过20%<sup>[60]</sup>;煤的生物脱硫试验中搅拌槽反应器内也有40%的固体质量分数<sup>[61]</sup>。高相含率(高浓度)条件下,除了分散相和连续相之间的相互作用,颗粒之间的作用也逐渐增大,即出现所谓

的群效应。目前已开发的多相反应器测量仪器多是从单相流体测试技术发展而来<sup>[62]</sup>, 延伸到多相流体的测试还有很大局限性, 特别是受限于高相含率的影响而无法进行正常测量。例如激光多普勒测速仪 (laser doppler velocimetry, LDV) 和相位激光多普勒测速仪 (phase doppler anemometry, PDA) 对测量体系透光性要求较高, 在应用于多相流时面临巨大挑战, 通常要求分散相体积分数小于5%<sup>[63]</sup>。粒子成像测速仪 (particle image velocimetry, PIV) 以穿过测量平面的激光片的衰减程度来判断, 最大的相含率测量范围上限约为3.8%<sup>[64]</sup>。现有技术直接应用于高浓度工业条件下的大型多相反应器, 仍存在很多亟待克服的困难。

### 1.5 多分散相体系的测量

许多工业多相反应器中含有两个及两个以上的分散相, 如气液固三相PX氧化反应器、气液固三相氧化铝碳分槽和气液液固四相硫酸结晶反应器等。分散相局部相含率分布等非均相特性与反应器型式、流型、操作参数等密切相关, 是多相反应器分析、选型及设计放大的关键参数。研究证明, 对固体颗粒浓度较稀的三相体系, 颗粒对体系的影响不大, 一般可按气-液两相体系处理, 再在两相研究的基础上进行适当的修正。而对于固体颗粒浓度较高的三相体系, 固体颗粒的出现会对气泡的分散、混合以及体系的非均相特性等产生重要影响, 比如气泡的形成和上升、径向和轴向的分布、气含率、流型以及相间传递<sup>[65-68]</sup>。固体颗粒的存在, 会导致局部气含率的测定结果比实际明显偏大。气液固等三相体系的非均相特性测量是目前公认的世界性难题, 原因就是现有的基于声、光、电等原理的技术在测量时, 气泡和固体颗粒往往产生近似的信号, 在数据处理时很难将两者准确区别<sup>[69]</sup>。目前关于气液固三相反应器数值模拟的研究, 通常只能用宏观平均性质的实验数据进行验证<sup>[10]</sup>。Yang等<sup>[70]</sup>采用一种改进的取样装置取样测量了气液固三相搅拌槽中气泡和固体颗粒的相含率分布, 并与数值模拟结果进行了比较, 但取样法受限于很难做到准确测量要求的等动量取样条件。Murthy等<sup>[10]</sup>在论文中多次指出: 目前非常缺少气-液-固三相体系局部性质数据。

综上所述, 可以看出: ①开展颗粒及颗粒群尺度的测量是必须的, 有助于更精准的反应器优化设计和工程放大, 可以更好地验证数值模拟及发展更准确的数学模型; ②对于非稳态过程需要“在线测

量”技术进行实时过程分析和控制; ③高浓度及多分散相体系的测量是目前多相化工反应器非均相特性测量的两个难题。

## 2 多相反应器的非均相特性测量技术

不同的多相反应器非均相特性测量技术, 本质上是利用颗粒和连续相相对于声、光、电、磁等外场所产生的响应信号的不同, 通过信号放大、采集和计算等一系列措施, 将两者辨识并按照相应的方法统计获得颗粒的相关性质。Boyer等<sup>[8]</sup>对多相测量仪器进行了综述, 提出了多相反应器参数测量仪器的3种分类方法: ①侵入式和非侵入式测量方法; ②时均测量和瞬时测量; ③点测量和整体测量。每种分类都有合理的方面, 但都很难准确地去划分所有方法。例如基于激光技术的方法中LDV属于点测量技术<sup>[63]</sup>, 而PIV属于整体测量技术<sup>[64]</sup>; 另外对于照相技术, 早期的照相主要是在反应器外部通过透明器壁或视窗进行拍照测量, 属于非侵入式照相<sup>[71]</sup>, 而近些年发展起来的照相探头技术则是一种典型的侵入式测量技术<sup>[72]</sup>。

本文中对各种方法的综述将按视觉上的直观与否进行分类: 照相法直接对多相流进行图像采集, 图像即为实验数据, 因此是直接测量法; 其他技术通过声光电等信号采集分析获得颗粒运动特性信息, 归为间接方法。这里讨论方法划分的原因是, 不同的研究者对各种多相测量技术已进行了多次归纳总结<sup>[8,73-74]</sup>, 本文涉及传统的测量技术尽量简化; 另外近些年光学照相法取得了长足的进步, 与传统方法相比显示了越来越多的优势<sup>[75]</sup>。

### 2.1 间接测量方法

#### 2.1.1 探针/探头类方法

(1) 光纤探针 光纤头为细小的圆锥形[如图7(a)], 在气液两相介质中有不同的光学折射率, 当探针头未接触到气泡时, 发射的红外光能透过光纤表面, 继续在液体介质中向前传输, 此时探针内的反射光强度弱, 经光电装置接收处理后, 输出信号为高电平; 当探针头接触并刺破气泡时, 红外线将会在光纤表面被反射回来, 被探针的电子器件接收, 探针的输出信号为低电平[图7(b)]<sup>[76-77]</sup>。通过图7(c)所示的信号采集系统, 经计算机对信号分析处理后可获得气泡的某种流体力学特性<sup>[78]</sup>。传统光纤探针的结构形式可分为单纤和双纤, 单纤探针主要用于测量气含率和鼓泡频率<sup>[79]</sup>, 在垂直管内测量截面相含率的误差在10%以内<sup>[64]</sup>。双纤探针则可以测

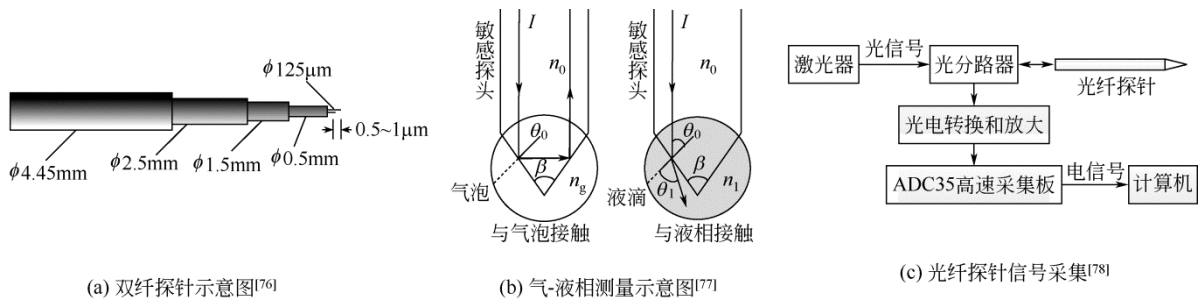


图 7 双纤探针结构及其测量原理示意图

量气泡速度、时均局部界面面积以及平均气泡直径<sup>[8]</sup>。Aliyua 等<sup>[80]</sup>通过对照光纤探针采样信号和同步照相的图像，证明了光纤探针测量的高灵敏度和准确性（图 8）。之后，一些研究者通过分析单光纤探针的局限性<sup>[77]</sup>和双纤探针可能产生的误差<sup>[81]</sup>，发展出了用于气泡尺寸测量的四纤探针<sup>[82-83]</sup>，四纤探针按照图 9 方式排列，外接圆直径约 1mm，因此无法测量小于 1mm 的气泡或液滴<sup>[84]</sup>。Saito 等<sup>[85]</sup>用飞秒激光将探针尖端加工成大约 10µm 的尺寸，非常细小、足够尖锐，可测量直径 100µm 级的气泡或液滴；另外还可降低探针对流场的侵入性误差，但同时也导致探针易断丝损毁。由光纤探针的测量原理，有机溶液与气泡的折光指数差别过小，光纤探针不适用于所有有机溶液<sup>[8]</sup>。此外，当出现固体颗

粒时会对光纤探针测量气泡产生信号干扰<sup>[86]</sup>。

另外一种光纤探头是由光纤束组成，光纤探头测量颗粒浓度的方法是将光照射到固体颗粒上，然后通过检测颗粒反射的光强（反射型探头）或穿过颗粒的光强（传递型探头）来获得。传递型探头测量的颗粒浓度较窄，一般小于 25%（体积分数），而反射型探头测量的范围较宽，颗粒浓度可以从低浓度的流动状态到固定床的高浓度流动状态<sup>[87]</sup>。根据有效光纤直径与颗粒直径间的关系，将反射型探头光纤探头分为两类（图 10）<sup>[88]</sup>。图 10(a)表示当有效光纤的直径大于颗粒直径的情况，根据颗粒反射光强转换的电压信号（ $v$ ）与相应的颗粒浓度

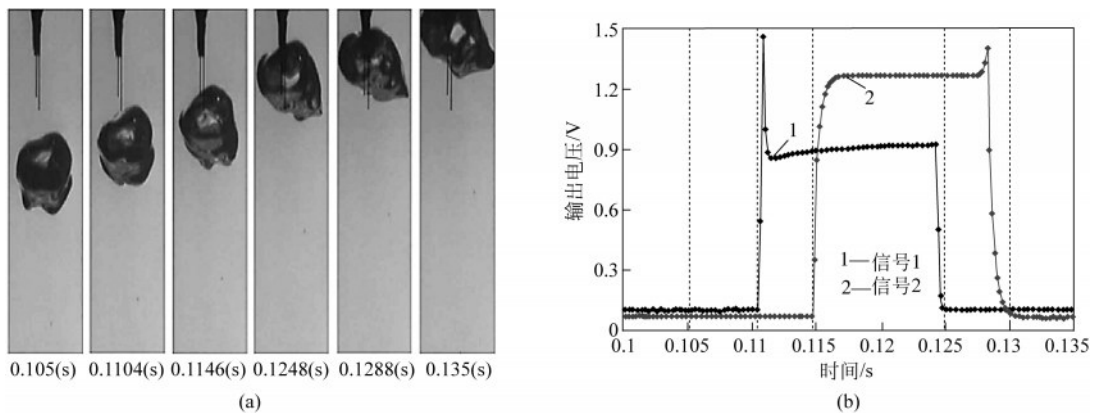


图 8 双光纤探针信号采集和同步图像的比较<sup>[80]</sup>

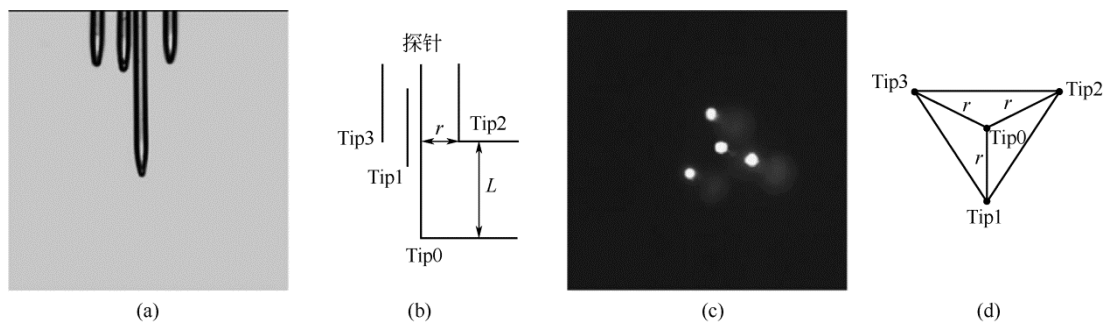


图 9 四光纤探针示意图<sup>[83]</sup>

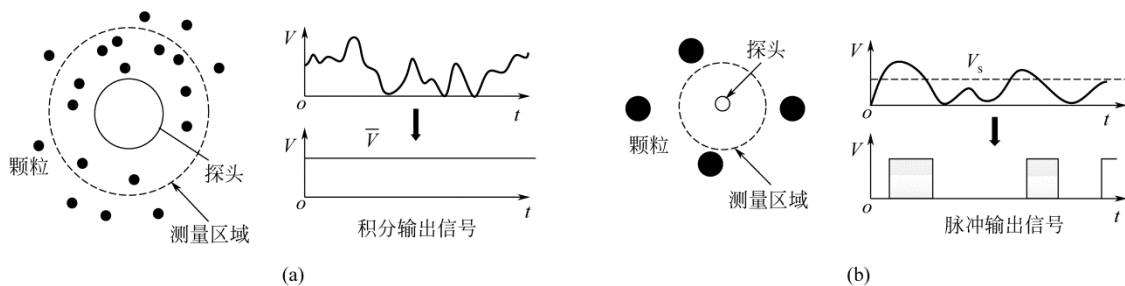


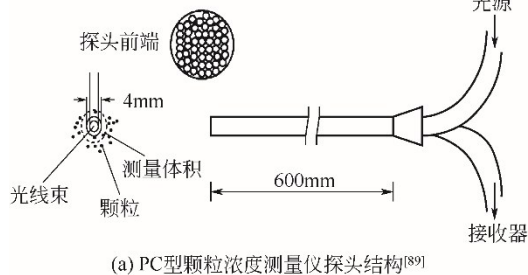
图 10 两种类型的反射型探头<sup>[88]</sup>

(mg/L 或 mL/L) 之间的关系，即可直接获得颗粒的瞬时浓度。图 10(b) 表示有效光纤的直径小于颗粒直径的情况，测量区域内只能测单个颗粒输出的电压信号，当信号高于阈值电压  $V_s$  时，电压信号转换成脉冲信号，此时脉冲的数量对应着颗粒的数量。如果要将脉冲信号转换成颗粒的浓度信号，必须知道颗粒的运动速度，而且该情况测得的颗粒浓度是时间平均浓度。

中科院过程工程研究所研制的 PC 型颗粒浓度测量仪采用的型式是反射型探头，探头结构和样机如图 11 示<sup>[89]</sup>，探头总长 600mm、直径 4mm，光纤束由 8000 根直径  $15\mu\text{m}$  的石英光纤组成，发射光线和接收光线的光纤分别成排在探头截面交替排列，在探头的顶部有 0.2mm 的玻璃片，起到保护光纤以及消除盲区的作用。该探头的有效光纤束尺寸为  $2\text{mm}\times 2\text{mm}$ ，大于一般的工业颗粒直径（如 FCC 催化剂）。Hong 等<sup>[90]</sup>采用 PC 型颗粒浓度测量仪测量了水平管道内气固质量流量比高达 70% 的高密度石灰岩颗粒浓度。蔡进等<sup>[91]</sup>采用 PC 型颗粒浓度测试仪研究了不同表观气速、静床高等因素对流化床内时均固体径向、轴向浓度分布的影响，其测量的颗粒质量分数范围为 5% ~ 48%。在测量前，应对电压信号与实际颗粒浓度值之间的关系作多点校正。最早的光纤探头的校正方式是通过借助于其他测量技术如  $\gamma$  射线<sup>[92]</sup>或静压降<sup>[93]</sup>来进行的，Matsuno 等<sup>[88]</sup>通过应用自由下落颗粒的终端速度进行校正，该方法能够测得的最大颗粒浓度仅为 0.1%（质量分数），但这些校正方法均为线性或拟线性的。Hong 等<sup>[90]</sup>发现当颗粒浓度超过 5%（质量分数）时，线性校正的结果与实验结果相比存在很大的偏差，因此提出了多项式回归的方法进行校正。Zhang 等<sup>[94]</sup>建立了针对多光纤探针测量颗粒浓度的较为完善的校正方法，其标定原理是当物料在下降管中稳定降落时，利用两个截止阀确定该段立管的体积以及颗

粒质量，从而得到颗粒浓度，他们利用这种校正方法将颗粒浓度的测量范围扩大到 56%（质量分数），如图 12。由于该种校正方法的测量范围较宽，并且操作简单，现在已广泛被研究者所采用<sup>[94]</sup>。

在 PC 颗粒浓度测量仪器基础上，中科院过程工程研究所研制了 PV 型双通道颗粒速度测量仪<sup>[95-96]</sup>。如图 13 所示，探头端口是以直径为  $15\mu\text{m}$  的光纤组成两个  $1\times 1\text{mm}$  大小的光纤束作为测量元件，探头的直径为 3.8mm。每一个测量原件相当于一个 PC 型光纤颗粒测量仪。PV 型双通道颗粒



(a) PC 型颗粒浓度测量仪探头结构<sup>[89]</sup>



(b) PC 型颗粒浓度测量仪样机

图 11 PC 型颗粒浓度测量仪

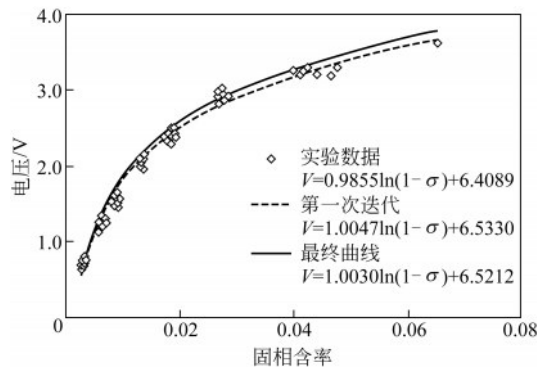
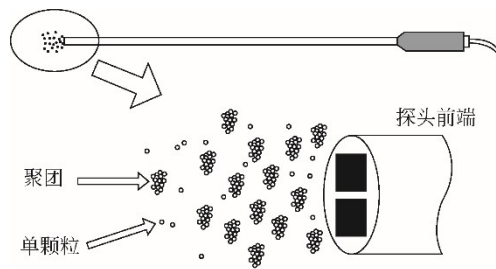


图 12 信号电压与颗粒浓度校正曲线<sup>[94]</sup>





(a) PV型颗粒浓度测量仪探头结构<sup>[96]</sup>



(b) PV型颗粒浓度测量仪样机

图 13 PV 型颗粒浓度测量仪

速度测量仪测速原理为当颗粒的运动方向与两个测量原件排列方向一致时，检测器产生两路波形相似但在时间上存在一定延迟的粒子反射信号，然后对这两路信号分段进行互相关函数运算，求出每一分段的延迟时间  $\tau$ ，根据公式  $v=L/\tau$  ( $L$ 为两光纤束的距离) 即可得到颗粒的运动速度<sup>[95]</sup>。Zhang 等<sup>[97]</sup>通过 PV 型探头测得了循环湍动流化床的固相体积分数高于 25% 的轴向均匀流域。与其他方法相比，PV 既可以测量颗粒速度也可以测量颗粒浓度以及固体通量，而且不需要多种设备的耦合使用<sup>[97]</sup>。除此之外，PV 型颗粒速度测量仪还用于提升管<sup>[98]</sup>、环形湍动流化床<sup>[99]</sup>、快速湍动流化床<sup>[100]</sup>设备的颗粒瞬时速度、浓度、固体通量参数的测量。表 1 对比了 PV 型颗粒速度测量仪与其他方法的不同。表 1 比较了 PV 型颗粒速度测量仪与常见的几种测量方法，明显可以看出 PV 测量仪可测颗粒速度远高于其他方法，多用于气固体系<sup>[95,98-100]</sup>，也用于液固体系<sup>[103-104]</sup>和气液固<sup>[105]</sup>。

(2) 电导探针 其工作原理是探针在连续相与气相间具有不同的电导特性。当探针尖端接触气泡时，由于气体的电导率极小，探头电流小，输出信号为高电平；而当探针尖端没有气泡经过时，电路经液相导通，输出信号为低电平。输出信号经检波、放大、调整、转换等电路后形成方波信号。常用的电导探针包含单探头、双探头甚至更多个探头，单探头探针主要用于测量气泡局部相含率<sup>[106]</sup>，双探头探针可测量气泡尺寸和气泡运动速度<sup>[107]</sup>。中国科学院过程工程研究所研制了 BVW 型双电导探针 (图 14、图 15)，该型探针选用两根直径 0.2mm、硬度较高的不锈钢丝，两个探针上下并行排列，尖端相距 0.34mm。每个探针尖端均没有覆盖绝缘漆，仅保留一段导电长度，构成一个电极，而起保护和支撑作用的不锈钢套筒构成另一个电极。探针的表面涂有一层绝缘漆，可以使得探针的去湿时间短、信号响应快。当气泡流经探针尖端时，就会产生一个方波脉冲，通过对方波信号的后处理最终获得气泡的特征参数<sup>[108]</sup>。BVW 型双电导探针除具有电导探针对流场干扰小，可以实时测量等优势外，最主要的特点就是单个测量仪器可以同时获得气泡尺寸、局部气含率、气泡运动速度、界面浓度等多个参数信息，使得该设备广泛应用于气泡特征参数的测量。

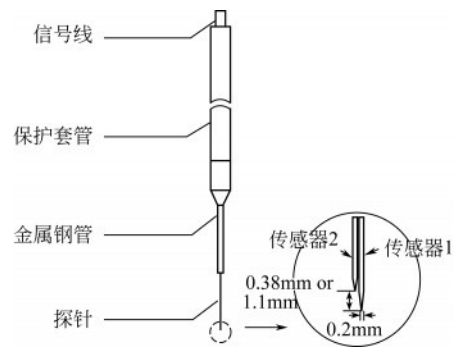


图 14 BVW 探针结构<sup>[107]</sup>

表 1 PV 和其他常见颗粒速度测量方法对比

测量方法	装置	颗粒速度/ $m \cdot s^{-1}$	测量参数	作者
碰撞法	固定床及沸腾床	0.005 ~ 0.3	颗粒速度	Heertjes 等 <sup>[101]</sup>
取样法	循环流化床锅炉	0.9 ~ 2.7	固体质量流率和颗粒速度	Zhang 等 <sup>[97]</sup>
PV 型光纤探头	高气固通量的下行床	3.6 ~ 12.2	颗粒速度、固相含率、固体通量	Wang 等 <sup>[95]</sup>
PV 型光纤探头	稠密颗粒射流撞击壁面	0.7 ~ 6.5	颗粒射流速度	Shi 等 <sup>[102]</sup>
PV 型光纤探头	环隙式湍动流化床	0.25 ~ 2.9	固相浓度、颗粒速度	Wu 等 <sup>[99]</sup>

电导探针在气泡测量中应用比较多，例如 Rampure 等<sup>[109]</sup>和 Chen 等<sup>[110]</sup>利用电导探针测量了鼓

泡塔和流化床反应器内的局部气含率分布。也有少数研究者将电导探针用于液固体系测量，如 Mac

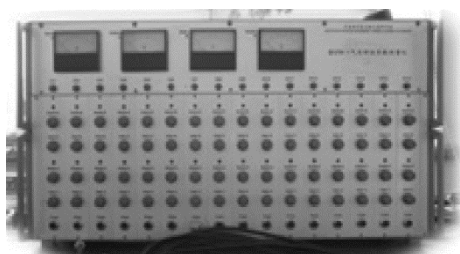


图 15 BVW-2型多通道气泡参数测量仪

Taggart 等<sup>[111]</sup>和 Micheletti 等<sup>[112]</sup>分别利用电导探针测量了液固搅拌槽内的局部固含率分布，二者的研究均发现了工作流体的纯度、环境温度的变化以及搅拌槽内所存在的一些固体边界（桨叶平面、搅拌槽槽壁以及自由液面等）皆会对电导探针的测量结果产生影响，因此在测量过程中需要严格监测工作流体的性质和电导探针与固体壁面的距离。

另外，部分文献中将取样法中取样管称为取样探头，因此在本节对其简要叙述，取样照相内容见 2.2.2 节。取样法利用取样管在反应器内部多相流中取样，经筛分、或利用显微镜和图像分析、或通过光电沉降等方式对样品进行处理，就可以得到取样处的颗粒尺寸和相含率<sup>[113-114]</sup>。Greaves 研究组<sup>[115-117]</sup>采用毛细管去氧探头测量了气液搅拌槽中气泡尺寸分布，通过毛细管抽吸气泡后用光电技术进行尺寸分析，该技术可测最小气泡达 0.3mm。

综上所述：①对于探针类方法，由于测量时需要刺穿颗粒进行测量，因此分辨率与探针粗细有关系。而气泡尺寸小的时候更接近刚性球，有时即使经过探针针尖时被弹开而无法刺穿。一般认为电导探针的分辨率约为 1mm<sup>[118]</sup>；②光纤探针和电导探针（例如 PC、PV 和 BVW 探针）都可以测量较高的相含率<sup>[90-91,94]</sup>，信号采集、分析速度快，因此也可实现实时在线测量；③识别多分散相存在较大困难，很难应用于多分散相体系（例如气液固三相体系）。

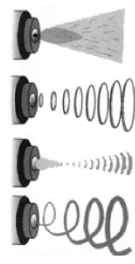
### 2.1.2 声学法

声学法是利用多相流中颗粒对声波传播的强烈影响，并利用先进的算法，将发射和接收的信号在不同频率下对一系列短突发声波进行比较，建立声音速度和衰减作为频率的函数，利用声波传播理论来推导颗粒尺寸等性质。文献报道的声学法有两种：一种是有发射源的声学法；另一种是通过接受和分析生产过程中发出的声发射信号。

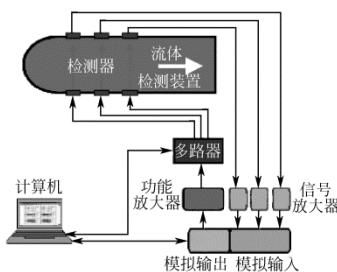
声学气泡检测器（acoustic bubble spectrometer, ABS）属于第一种，该装置由一组与计算机相连的两个传感器/水听器组成[如图 16(a)]<sup>[119]</sup>，数据采集并控制水听器信号的产生和采集，从几个频率的声学测量中提取气泡群信息[如图 16(b)]<sup>[119]</sup>。也可以安装多组传感器/水听器装置，组成多通道 ABS 系统[如图 16(c)]<sup>[120]</sup>。采用 ABS 设备测量了鼓泡床中气泡尺寸分布，并与光学照相法进行了比较，气泡较大时存在比较大的误差[如图 16(d)]<sup>[120]</sup>。但所测气液系统中气含率较低，只有 0.25%（体积分数）。另外一种方法是直接接受和分析生产过程中发出的声发射信号，并与过程中的操作参数相关联，从而实现对生产过程的检测和监控。Cody 等<sup>[121]</sup>首先把声发射检测技术应用于气固流化床壁面附近颗粒的平均动能和颗粒温度的检测。Boyd 等<sup>[122]</sup>综述了声发射检测技术在气液体系、固体颗粒输送、化学反应和装置检测等过程中的应用情况。黄正梁等<sup>[123]</sup>利用声发射检测技术建立了声波主频和平均粒径的关系，并结合颗粒碰撞运动产生声波的机理和多尺度小波分解方法，建立了 Hou-Yang 粒径分布模型，揭示声波信号在各尺度细管口生成过程，气泡生成声波信号时间序列和声波谱图如图 17 所示，基于时频的声波频谱图分析可以更方便地计数和气泡形成的大小，以及动态演示气泡运动的声学瞬态特性。



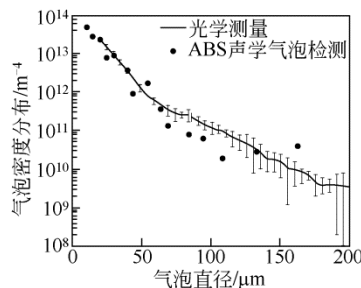
(a) ABS水听器及测量装置<sup>[119]</sup>



(b) 声波发射<sup>[119]</sup>



(c) 多通道ABS系统<sup>[120]</sup>



(d) 测量结果与高速摄像法的比较<sup>[120]</sup>

图 16 ABS 声学气泡检测

综上所述：①声波技术具有检测灵敏、环保安全、不侵入流场和实时在线的特点；②适用于较低气含率条件，测量小气泡较准，测量大气泡存在较大误差。

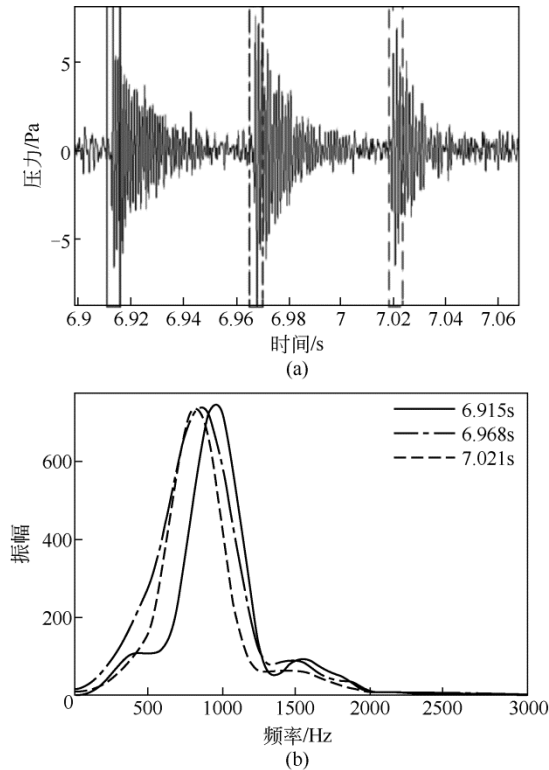


图 17 气泡生成声波信号时间序列和声波谱图<sup>[128]</sup>

### 2.1.3 激光类方法

激光类方法中应用相对多的是激光多普勒测速仪 (LDV) 和粒子图像测速仪 (PIV)。LDV 是通过在流体中加入粒子，利用一定频率的激光束照射示踪粒子，由于示踪粒子的运动，散射光的频率就会产生偏移，根据频率前后偏移的数值就可以算出运动速度 (图 18)。由于 LDV 利用的是在外面放置的激光来测速，所以其优势是信号响应快，不干扰流场，可以瞬时测出流体流速。LDV 最开始是用于单相流场的测定，Wu 等<sup>[129]</sup>采用 LDV 测量单相搅拌槽是比较经典的实验，获得了标准 Rushton 桨搅拌的有挡板搅拌槽内三维速度场，被广泛用于数值模

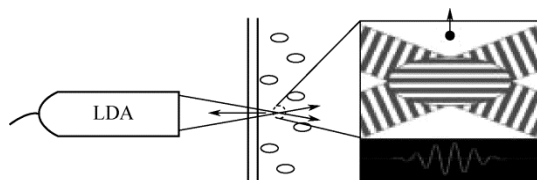


图 18 LDV 测量原理<sup>[84]</sup>

拟的验证<sup>[4,51,70,130]</sup>，该方法的缺点是需要壁面透明。当用于多相流时，在气泡或固体颗粒相含率较高时，由于颗粒之间会阻挡重叠，激光衰减，无法获得频率偏移，因此该方法不能测相含率较高的体系 (一般要求相含率 < 3%，体积分数)<sup>[131]</sup>。Kohnen 等<sup>[132]</sup>设计了一种特殊的体系，采用透明的玻璃珠 (Duran 玻璃) 为固相，连续相是与固相折射率相同的油 (Pharma 5, DEA) 和光保护液 (Eusolex, Merck) 的混合溶液，以消除由于不透明固相颗粒的阻挡以及折射引起的激光强度衰减问题，可测颗粒体积分数提高到了 15%。类似的，Virdung 等<sup>[133]</sup>采用透明的玻璃珠为固相，连续相是与玻璃珠折射率相同的苯甲醇和乙醇的混合溶液，实现了颗粒体积分数为 9% 的液固体系流场的 LDV 测量，如图 19。

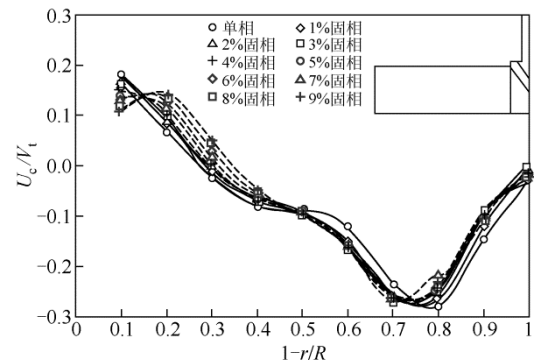


图 19  $z/H=0.2$  处连续相周向速度<sup>[133]</sup>

PIV 是由装置外面的激光器发出的激光通过一个镜头组形成片光源，该片光源照亮流场的一个薄层，通过 CCD 相机记录下示踪颗粒两次曝光的图像，通过自相关或者是互相关的图像处理算法计算出同一颗粒运动的位移再除以曝光时间即可得到颗粒速度 (如图 20)<sup>[134-136]</sup>。PIV 同样属于无接触式、具有不干扰流场、信号响应快等优点<sup>[137]</sup>。相比于激光多普勒测速仪，由于 PIV 采用片光源，其最突

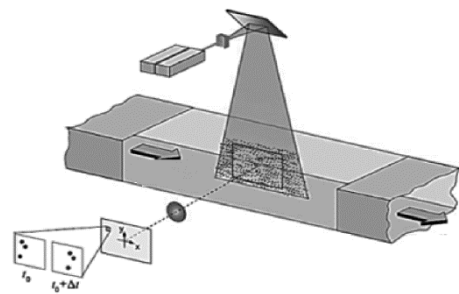


图 20 PIV 测量原理<sup>[136]</sup>

出的特点就是可以瞬时获得流场的流速以及全流场分布。在使用PIV进行测量时,需要将曲面的装置放于一个透明方形槽中。Montante等<sup>[138]</sup>发展了一种两相PIV技术,通过两台分别装有橙色滤光片和绿色滤光片的高速相机分别记录液相和固相,但以穿过测量平面的激光片的衰减程度来判断,最大的测量范围约为0.2% (体积分数)。杨斌等<sup>[139]</sup>利用PIV-PLIF (平面激光诱导荧光法)方法,两相示踪粒子分别在两台CCD相机上成像,实现了气-固两相流速度场的同步瞬态测量。在高相含率时 (>1%,体积分数) 同样存在激光衰减以及颗粒阻挡的问题,无法测量反应器内部流动的信息<sup>[140]</sup>。通常认为PIV测量的相含率上限为3.8% (体积分数)<sup>[64]</sup>。最近Li等<sup>[141]</sup>采用了一种与Kohnen等<sup>[132]</sup>和Virdung等<sup>[133]</sup>类似的方法,通过折射率匹配的方法实现了搅拌槽内体积分数达到8%的、粒径为8mm的玻璃珠-苯基硅油流场的测量,如图21。

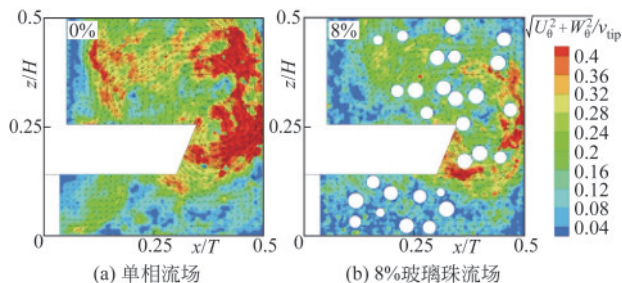


图21 PIV测量含8%玻璃珠搅拌槽内流场<sup>[141]</sup>

综上所述:①激光类技术要求反应器壁面透明,可实现较低相含率多相瞬时和时均流场的测量;②尽管在较高相含率的流场测量已取得进展,但只适用于非常特殊的体系(颗粒和连续相具有基本相同的折射率),激光在高相含率体系传播过程中衰减问题是解决该高相含率体系流场测量的关键。

#### 2.1.4 粒子追踪技术

粒子追踪技术主要有放射性粒子跟踪技术(computer automated radioactive particle tracking, CARPT)和正电子发射颗粒示踪技术(positron emission particle tracking, PEPT)。LDV和PIV都属于欧拉型测速方法,而CARPT和PEPT则属于拉格朗日型测速技术。Dudukovic研究组<sup>[142]</sup>最早提出了CARPT方法,基本思想是在多相流中放置一个放射性的活性粒子起到示踪的作用,在反应器周围布置几个探测器测量辐射强度,根据辐射强度与探测

器距离之间的关系计算出粒子位置;通过在足够高的采样频率下采样该辐射,可以找到粒子的轨迹,从而可以估计粒子的速度;在测试前,首先需要对放射强度与测量位置之间的关系进行标定。Rammohan等<sup>[143]</sup>应用CARPT技术获得了单相流场,克服了LDV与PIV只能用于透明体系的限制,能够定性地获得流场特性以及在数量级上得到其他方法获得的一致轴向与切向速度分布。Vesvikar等<sup>[144]</sup>采用CARPT测量了气升式环流反应器中液相流场。CARPT技术通过示踪粒子测量局部液相速度,空间精确度可达到2~5mm,频率25Hz<sup>[73]</sup>。

PEPT是CARPT的一种替代技术<sup>[84]</sup>,具体工作原理为[如图22(a)]:使用一种衰变过程中产生正电子的放射性活性粒子,这个正电子可被附近的任何电子所吸引,因而活动范围很小;当正电子与其他电子碰撞时,产生湮没而释放两个背道而驰的光子,每个光子具有511keV的能量;通过位于不同位置的两个高灵敏探测器同时检测这两个光子,正电子发射粒子位于被检测到的两个光子之间的连线上;通过测量在一个时间间隔中的光子对位置,得到许多条线;根据这些线的位移交叉来确定粒子移动。Guida等<sup>[145]</sup>采用PEPT方法跟踪示踪粒子及固体颗粒获得运动轨迹后,经过相关转换后得到液相和固相的速度[如图22(b)和图22(c)]。该方法可以获得高相含率(40%,质量分数)条件下的各相速度分布,正电子发射颗粒示踪技术后处理比较繁琐。

综上所述:CARPT时空分辨率较差,测量准确度需提高,而且价格昂贵,存在安全性问题,另外由于示踪粒子较大造成跟随性不好,所以很难获得一致的定量结果。PEPT示踪颗粒虽有所减小,但直径仍然较大(0.6mm),要保持良好的跟随性,需要改变溶液的密度,另外被测量反应器需要放置在示踪粒子检测板中间,因此无法测量较大的反应器。

#### 2.1.5 断层扫描技术(computed tomographic techniques, CT)

断层扫描技术是一种非侵入式的多相反应器内相含率测量技术,根据发射源的不同可以分为X射线、 $\gamma$ 射线、超声、电容和电阻断层扫描技术,通过测量反应器内某一与相含率相关的物理性质(如密度、电容等)的变化,利用重建算法对信号进行分析,进而得到反应器截面的相含率分布(图23)<sup>[146]</sup>。

电容层析成像技术(electrical capacitance

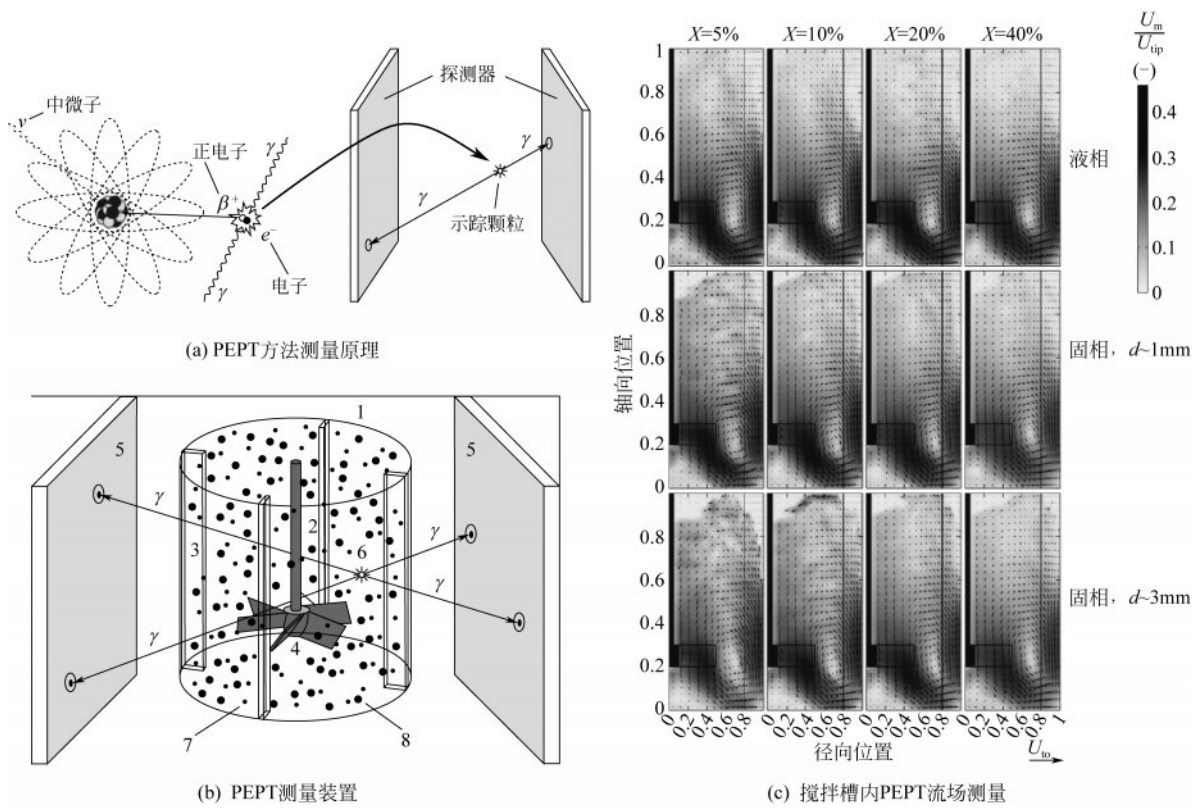


图 22 PEPT方法测量原理及应用<sup>[145]</sup>

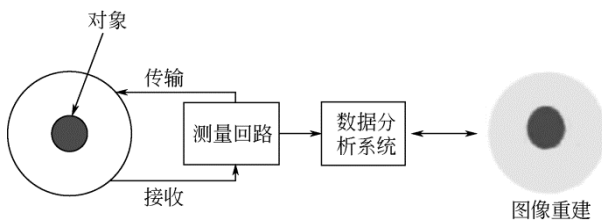


图 23 断层扫描技术测量流程<sup>[146]</sup>

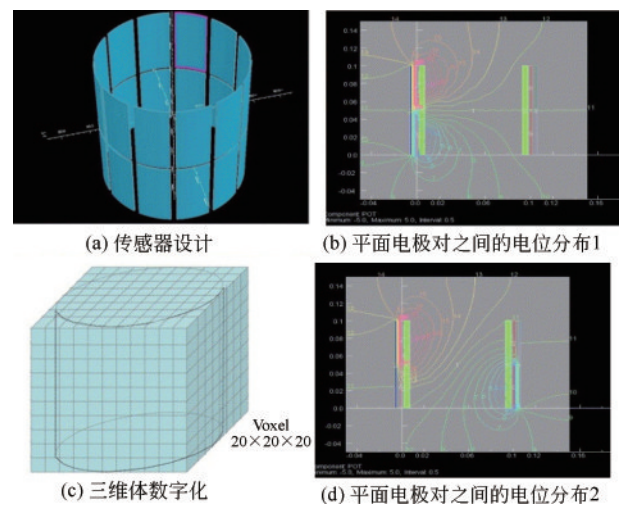
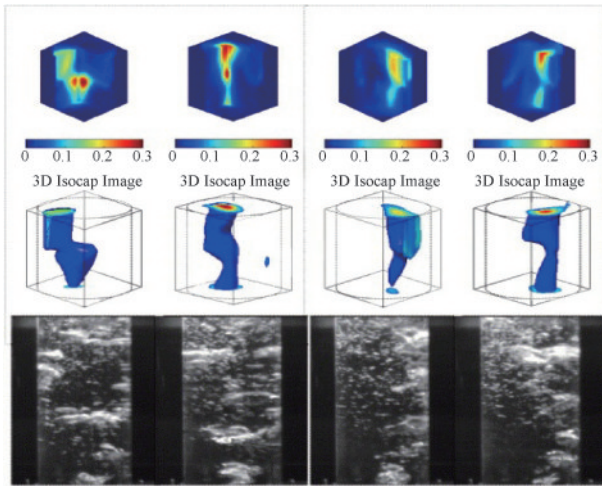


图 23 3D-ECT原理及传感器设计<sup>[156]</sup>

tomography, ECT) 是根据不同物质介电常数的不同进行测量。一套 ECT 系统通常由安装在反应器壁面的 8、12 或 16 块电容板组成<sup>[147-148]</sup>。系统的空间分辨率是不均匀的，离边界电极越近分辨率越高，反应器中心处的分辨率最低。增加电容板数量成像质量会有改善，但同时会使电容板宽度减小，影响测量的信噪比，从而导致空间分辨率降低<sup>[149]</sup>。ECT 在气液体系测量中应用较多<sup>[150-153]</sup>。Warsito 等<sup>[154]</sup>采用神经网络算法多准则优化图像重建技术，研制出了 3D-ECT 技术（如图 23）<sup>[155]</sup>，采用 3D-ECT 对空气-石蜡-玻璃珠三相鼓泡床和流化床体系进行了实时电容层析成像实验和分析，得到气泡羽流螺旋运动和三维大尺度液体涡旋动力学，与图像法结果定性吻合（如图 24），气含率结果与液压头测得的气含率值吻合。

X 射线和  $\gamma$  射线 CT 依赖于各种材料对射线的

吸收/散射特性进行测量，当 X 射线或  $\gamma$  射线通过非均匀介质时，射线衰减量反映了沿着光束横穿路径的局部质量密度分布<sup>[156]</sup>。通过在不同的空间和角度方向上测量不同的光束路径，可以在重建过程中获得具有高空间分辨率的相位密度分布。由于数据收集过程的长度，两种技术获得的局部气含率都是时间平均的<sup>[157]</sup>。相对于 ECT 技术，X 射线和  $\gamma$  射线 CT 技术的空间分辨率很高，X 射线 CT 的空间分辨

图24 用3D-ECT气液鼓泡塔重构图像与图像法的比较<sup>[156]</sup>

率可以达到亚毫米级<sup>[158]</sup>,  $\gamma$ 射线CT空间分辨率为毫米级<sup>[156]</sup>, 但X射线和 $\gamma$ 射线的检测更困难, 时间分辨率较差<sup>[84]</sup>。X射线和 $\gamma$ 射线CT可以提供搅拌槽和鼓泡塔床横截面上的气含率分布云图<sup>[159-164]</sup>。由于射线在液体中的吸收, 穿透路径的长度限制了被测反应器尺寸上限约为200mm, 由于光束硬化 (beam hardening) 需要进行额外的校准<sup>[165]</sup>。

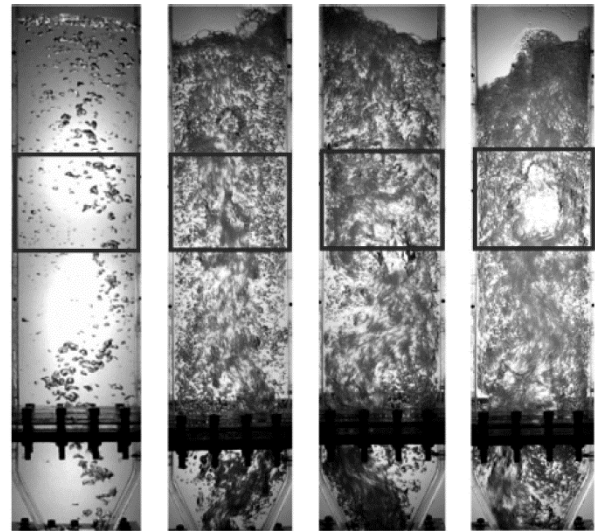
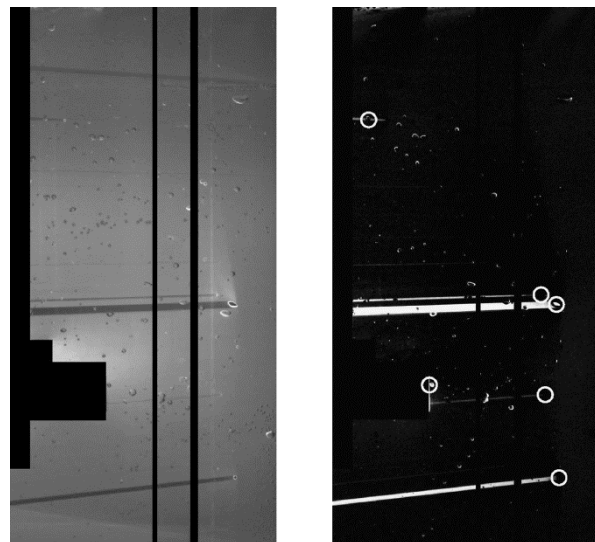
综上所述: 各种断层扫描技术能很快获得相含率在某个截面上的分布, 但很难做到高空间分辨率和高时间分辨兼得, 其他还存在的问题包括被测反应器尺寸受限制以及安全性问题。

## 2.2 照相法 (photographic techniques)

照相法采用图像传感器 (CCD 或 CMOS) 对多相流直接进行拍照或摄像, 通过直接观察图像可观察流体流动状态, 或结合进一步的图像处理, 获得颗粒性质 (形貌、相含率、尺寸和运动速度) 信息。照相法是最直观的测量方法, 也被认为是最准确的测量方法, 常用作其他测量方法的标定<sup>[80,128]</sup>。

### 2.2.1 非侵入式照相 (noninvasive photography)

非侵入式照相是指相机在反应器外, 通过透明壁面或视窗对反应器内的多相流动进行拍照。采用该方法可以观察反应器内流型 (图25)<sup>[166]</sup>和颗粒群行为<sup>[167]</sup>, 可以通过图像处理测量颗粒尺寸和形貌<sup>[168]</sup>、气泡相界面积、相含率和尺寸分布 (图26)<sup>[71]</sup>。根据入射源种类的不同, 有光学照相法和X射线照相法之分。光学照相法的局限比较明显, 要求反应器和流体透明或者具有可视化视窗, 只适合低气速下不含固体颗粒体系拍照; 高气速时气泡密度高, 只能观察到近壁区流体流动。而X射线能量高, 穿透力强, 可以测量不透明流体内气泡的形

图25 鼓泡床内流型观察<sup>[166]</sup>图26 搅拌槽内气泡尺寸测量<sup>[71]</sup>

状和位置。非侵入式照相最大的缺点是只能测量壁面附近或很稀相含率体系。

### 2.2.2 取样照相 (sampling photography)

取样照相法是照相测量的一种, 利用泵通过取样管将反应器内待测位置处多相物料抽出, 对流经位于管路上的透明观察室进行拍照, 结合相应的图像处理方法获得颗粒性质。麦吉尔公司研制了一种取样照相装置<sup>[169]</sup>, Vazirizadeh等<sup>[170]</sup>和Amini等<sup>[171]</sup>分别采用该装置测量了浮选柱中气泡尺寸分布。Maldonado等<sup>[172]</sup>利用取样照相测量方法发展了一种实验室浮选柱中气泡尺寸自动控制方法, (如图27所示)。LI等<sup>[173]</sup>也设计了一套类似的装置, 流体用内径6mm的取样管以0.74m/s的速度引入有机玻璃方形盒内, 盒背面加LED光源, 在正面位置用配

有 EF 100mm f/2.8L Macro IS USM 微距镜头的 EOS 7D 型相机拍摄图片，采用该方法实验测量了一种微气泡发生器产生的微气泡尺寸分布。

取样照相法克服了非侵入式照相的缺陷，可测量较高相含率流动。但该方法也有明显的不足：①像其他取样方法一样，取样照相法也很难做到准确测量要求的等动量（或等速）取样；②对于动态过程，在取样过程中很难保持与反应器内测量位置处相同的条件（温度、压力等），取样过程中可能会出现晶体析出、颗粒团聚、气泡或液滴聚并破碎等过程，从而使测量结果偏离原位上的实际值。陈方圆等<sup>[174]</sup>曾采用取样照相方法测量了不同尺寸气泡，结果发现：对于 50 $\mu\text{m}$  左右的微气泡，取样测量法与光纤内窥镜在线测量结果一致；而对于约毫米级的大气泡，取样照相法测量结果明显偏大（如图 28 所示）。因此，取样照相法的适用范围有限制。

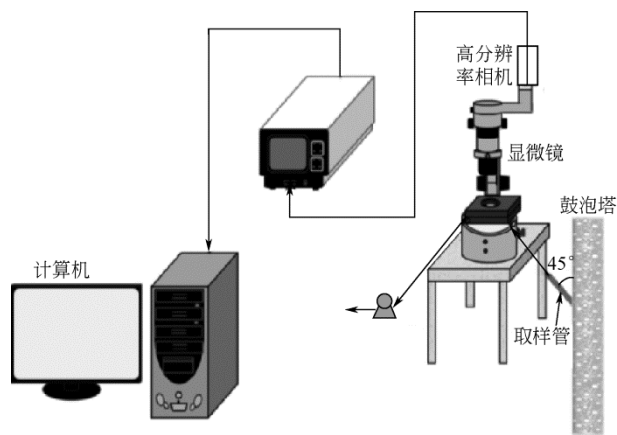


图 27 取样照相装置<sup>[171]</sup>

### 2.2.3 侵入式照相(invasive photography)

侵入式照相测量即将照相设备直接浸入多相反应器内部进行拍照，可实时获得反应器内部测量位置处颗粒及颗粒群信息。从原理上来说既可克服非侵入式照相的局限，又可很好地解决取样照相离线测量的缺点。最直接的方法是将照相机直接浸入反

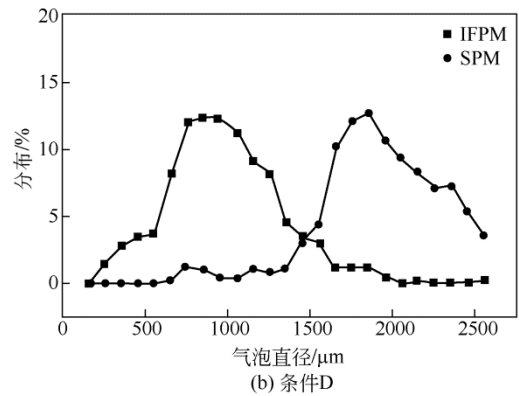
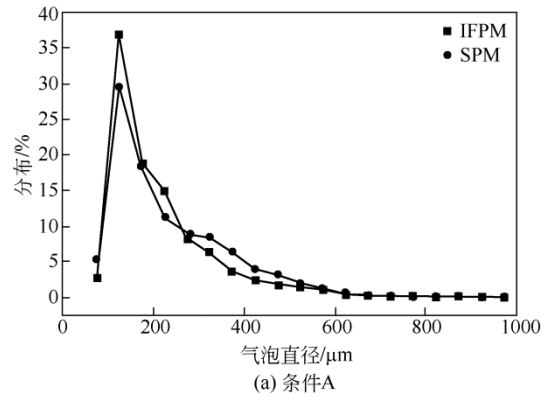


图 28 两种方法测不同尺寸气泡分布<sup>[174]</sup>

应器进行拍照，Honkanen 等<sup>[175]</sup>研制了一种侵入式摄像设备，如图 29(a)所示，该装置将相机置于一根长 400mm、直径 90mm 的防水管道中，并用该仪器用于溶气浮选罐（dissolved air flotation, DAF）中的废水净化和脱墨浮选槽中废纸浆悬浮液[如图 29(b)所示]等的拍照测量[典型图像如图 29(c)所示]。该装置分辨率高（3.5 $\mu\text{m}$ ），最大可测流速 300m/s，但设备体积过大，会对流场产生严重干扰。

近些年来，小型化的照相探头技术获得了快速发展。从原理上来说主要有基于光纤传像的光纤内窥镜和采用微型相机与光学镜头组合的照相探头技术。光纤内窥镜通过一根细长的光纤束，将测量点处颗粒图像转移到反应器外部屏幕上直接显示或通过计算机相连的图像传感器进行拍照（或摄

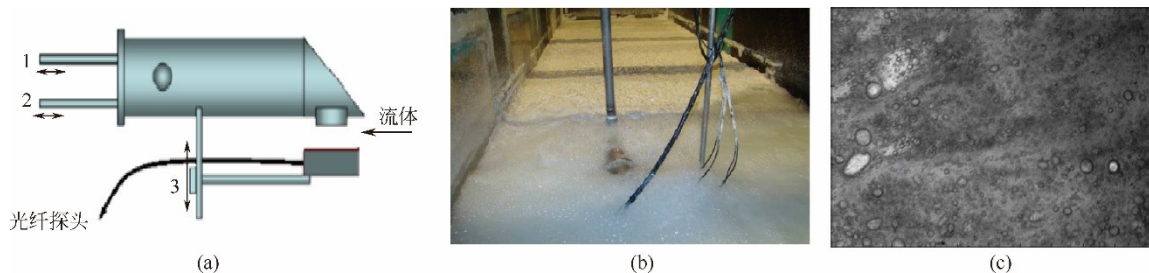


图 29 侵入式照相系统及其应用<sup>[175]</sup>

像)<sup>[176-177]</sup>。国内最早的是中科院过程工程研究所(化工冶金所)的秦邵宗和李国征<sup>[178]</sup>在 20 世纪 90 年代初,利用光纤传像束研制了一种运动颗粒图象分析系统,对快速流化床中粒子形态进行了观察。Qian 等<sup>[72]</sup>发展了一种高速摄像光纤内窥镜技术,并利用该装置测量了三维喷动床中固含率分布。光纤内窥镜的优点是尺寸小,外径一般可以到 5mm 左右,长度可以很长(最长可达 3.2m<sup>[179]</sup>),同时不受电磁干扰。但光纤内窥镜分辨率受光纤加工工艺的限制,国产光纤单丝最小直径约为 15 $\mu\text{m}$ ;另外在将光纤排列成光纤束时丝间固定需要灌注胶水,造成光纤内窥镜分辨率比较低。受加工工艺的局限,传像束直径太大会大大增大加工成本,为了观察更大的区域,前端物镜常采用广角镜头,这样会造成比较严重的光学畸变。按照保真系数  $S$  的定义,如式(1)。

$$S = \frac{\text{实际像高}}{\text{理想像高}} = \frac{\pi f \theta}{180 f \tan \theta} = \frac{\pi \theta}{180 \tan \theta} \quad (1)$$

式中,  $f$  为镜头焦距,  $\theta$  为半视场角。以 Qian 等<sup>[72]</sup>的装置为例,其最大视场角为 115°,保真系数约为 0.64。所以其图像处理过程中需要花大量精力对图像畸变进行矫正,但常规的矫正方法可以恢复图像形状却不能改变图像面积,因此矫正后仍然会有测量误差。陈方圆等<sup>[174]</sup>对这一问题进行了改进,所用光纤内窥镜最大视角为 45°,可得最大保真系数为 0.95,采用该仪器成功测量了不同尺寸的气泡分布,但为此也牺牲了部分测量区域,只适用于测量粒径较小的颗粒 (<2mm)。

侵入式照相技术是近年随着微型相机和镜头的出现而发展起来的用于多相流动测量的新技术,其基本思想是将微型相机和微型镜头封装于金属管子内部,形成具有照相(摄像)功能的探头。通过与探头相连接的计算机可实时观测反应器的多相流动,也可通过控制软件拍摄颗粒运动图像,结合专门的图像分析软件即可获得反应器内颗粒(或颗粒群)时空运动规律和相关性质分布。侵入式照相技术是向多相反应器在线检测(或监测)、实现过程控制迈出的重要的一步。国外起步较早,代表性的有美国梅特勒公司的 PVM<sup>[180]</sup>、德国 SPOAT 公司的 SPOAT Probe<sup>[181]</sup>和芬兰 PIXACT 公司的照相探头<sup>[182]</sup>,已经在气-液、液-液及液-固体系中实现了很多的测量应用。

中科院过程工程研究所基于远心照相原理,结合高亮度 LED 照明技术,设计发明了侵入式远心

照相测量仪<sup>[183]</sup>,其结构示意图如图 30 所示,这种照相探头有效地解决了图像光学畸变的问题。采用远心照相多相测量仪,结合图 31 所示的同步控制模式即可获得多相流实时图像。完整的测量过程包括分辨率标定、拍照、目标颗粒选定、性质计算、结果显示和测量结果后处理等。与非侵入式照相相比,侵入式照相技术将测量区域集中于探头前端约  $\text{mm}^2 \sim \text{cm}^2$  的矩形区域,在照相系统性能相近的情况下,分辨率可提高 1~2 个量级;测量时直接将照相探头伸入反应器,因此不要求反应器透明或安装有视窗;同时,由于光路上不存在颗粒干扰,所以侵入式照相探头原则上可实现的最大可测相含率范围要比非侵入式照相大得多,具体讨论详见 2.2.4 节。侵入式照相技术与取样照相法相比最大的优势是能够原位在线测量。但侵入式照相技术与其它侵入式测量技术一样,同样存在着干扰流场的缺点。今后的工作需要定量评估探头的侵入式效应,优化测量操作条件,尽可能减小侵入式效应。

#### 2.2.4 照相法应用的若干关键点

(1) 曝光条件 曝光恰当与否,直接影响着影像的质感、清晰度、色彩以及数码后期加工的余地。每台相机都有特定的光电特征曲线(如图 32 所示)<sup>[184]</sup>,曝光不足或过度曝光都会造成图像中景物和背景间灰度差削弱而无法识别。影响曝光的一个因素是分散相和连续相的亮度,Wang 等<sup>[75]</sup>研究了水溶液中不同亮度颗粒的图像,发现当颗粒

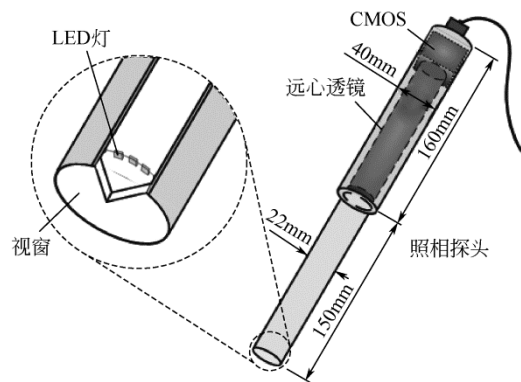


图 30 远心照相多相测量仪

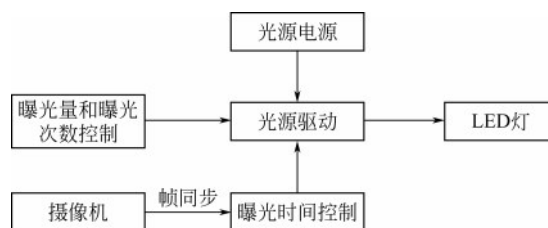


图 31 远心照相多相测量仪同步控制模式



和水亮度差较大时，图像中颗粒轮廓清晰可见；气泡或暗颗粒作为分散相时，由于两相光线反射都比较弱，从而造成灰度值处在图 32 中的 A-B 段，无法进行颗粒识别。影响曝光的另一个因素是照明的方式，如图 33 所示，主要的照明方式有：同侧照明、同侧光源+反光板辅助照明和背侧照明<sup>[185]</sup>。当采用同侧照明时，由于连续相光线反射弱，图像背景呈低灰度值；而当背侧照明时，光线穿过连续相直达感光部件，图像背景呈高灰度值。当两相亮度差较小时，加反光板辅助照明方式和背侧照明都可以获得清晰图像。然而，这两种方式都会在测量区域处于半封闭空间中，从而带来更大的侵入式误差。Xiao 等<sup>[184,186]</sup>利用颗粒散射原理（图 34），向溶液中加入痕量亚微米强散射粒子，可有效提高测量区域曝光量，获得可识别颗粒图像。

(2) 分辨率 分辨率 (R) 是指在物体表面能够分解的最小间隔，决定着能分辨的最小颗粒和多相流微细结构尺寸。照相系统的分辨率与数值孔径 (numerical aperture, NA) 及入射光波长 (λ) 密切相关，如式(2)所示。

$$R = \lambda / 2NA = \lambda / (2n \sin \theta) \quad (2)$$

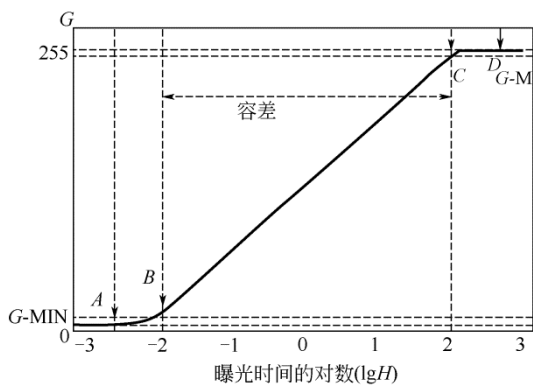


图 32 图像传感器呈像的特征曲线<sup>[184]</sup>

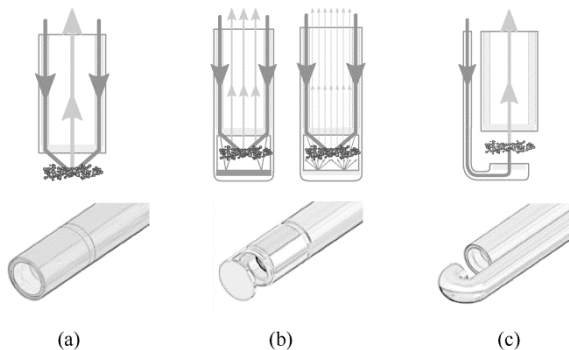


图 33 三种照明方式<sup>[185]</sup>

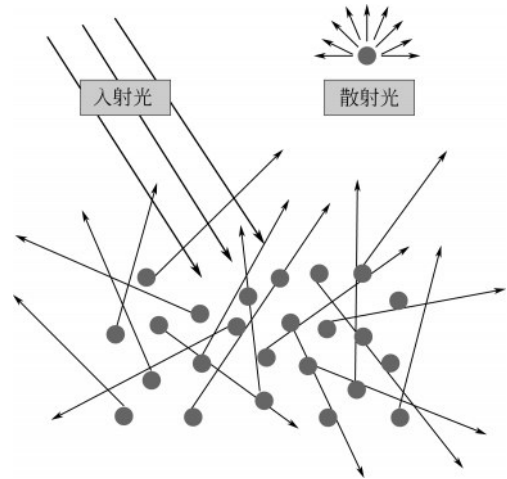


图 34 颗粒散射原理<sup>[184,186]</sup>

数值孔径是透镜与被检颗粒之间介质的折射率 (n) 和孔径角 (2θ) 半数的正弦之乘积。提高分辨率的措施可以有：①增大介质折射率，如空气折射率是 1.0，纯水的折射率是 1.33，而油类的折射率可达 1.56，则三者的分辨率  $R_1 : R_2 : R_3 = 1 : 0.75 : 0.64$ ；②增大孔径角，但是孔径角和焦距及透镜直径密切相关，当镜头选定后很难改变；③减小入射光波长，如可见光平均波长约 600nm，而紫外光平均波长约 200nm，紫外照相相对于可见光照相分辨率可提高 3 倍。

实际照相时，照相设备的分辨率可以通过将如图 35 所示的标准分辨率测试板 (20 ~ 50lp/mm) 置于被测量介质中探头前端焦平面处，将照相机和采样计算机、光源等连接完毕，在屏幕上观察能清楚分辨的最小刻度。经多次重复上述步骤，获得照相系统的分辨率<sup>[187]</sup>。

(3) 测量的浓度范围 原则上，照相法可测量的最大浓度范围取决于所拍摄图像是否可被图像处理软件正确识别。在多相流中，由于位于焦平面到相机之间的光学路径上的颗粒会阻碍能见度，造成图像上目标颗粒可能被测量体积外的颗粒图像覆盖而无法识别。Overby 等<sup>[188]</sup>假设直径为  $d_p$  的非透明球形颗粒随机均匀分布，推导了颗粒体积含率 (φ) 和投影面积分数 (φ<sub>p</sub>) 之间的关系，如式(3)所示。当投影面积分数超过 95% 时，景深范围内的颗粒将无法检测到。因此，设定 φ<sub>p</sub>=0.95，则根据光路和颗粒尺寸即可获得可测量颗粒浓度范围，如图 36 所示<sup>[175]</sup>。这也很好地解释了非侵入式照相只适用于测量器壁附近流动或极低相含率多相流。而采用侵入式照相时，主要的光路长度密闭在探头内

部，所以光路上不存在颗粒阻挡，因此理论上可测相含率范围很高，实际可测最大相含率需通过实验进一步验证。

$$\varphi = 1 - (1 - \phi) \exp \left[ \frac{-3\phi L_z}{2d_p(1 - \phi)} \right] \quad (3)$$

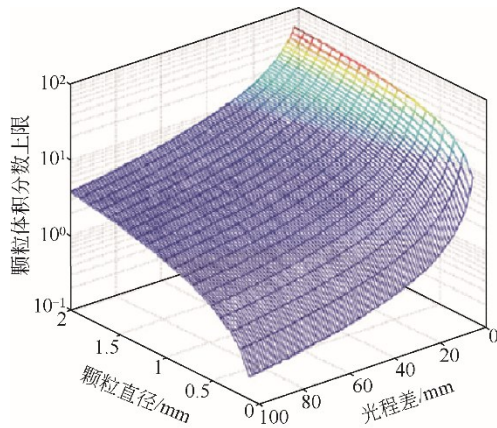


图 36 最大可测浓度范围与颗粒直径和光路长度的关系<sup>[175]</sup>

(4) 测量准确性 影响照相法准确性的主要因素有：①镜头的光学畸变；②弧形器壁折射造成的畸变；③图像处理。如 2.2.3 节所述，为了观察更大的区域，前端物镜常采用广角镜头，其光路如图 37(a)所示，这样当物体距离镜头远近不同或同一物体上不同部位具有不同的放大倍数，这样会造成各种形式的光学畸变，如表 2 所示。远心镜头是一种特殊的光学镜头，能够产生独特的平行光路，从而使物体的放大倍数不以离镜头远近不同而改变。因此采用远心镜头可以很好地矫正光学畸变，通常情况下远心镜头的畸变率 < 0.1%<sup>[189]</sup>。多相反应器通常是圆柱形，当采用照相法对反应器内的多相流动进行拍照测量时，由于弧形器壁折射造成颗粒图像的畸变。通常的做法是将反应器设计成方形<sup>[166]</sup>，或者将圆形反应器置于方形反应器中<sup>[190-192]</sup>，并在壁面之间填充与反应器内相同的介质。在获得的

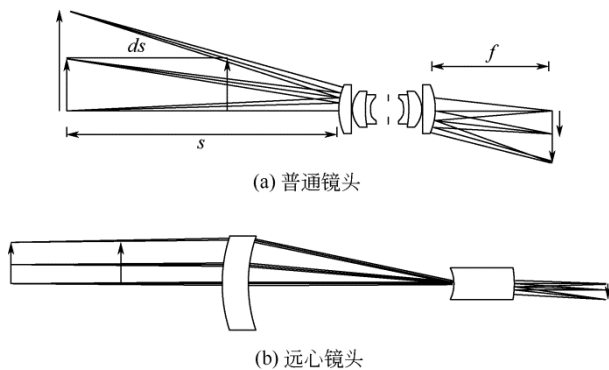


图 37 不同镜头的光路图

表 2 不同镜头的光学畸变

远心镜头		普通镜头	
微小畸变	桶形畸变	胡须形畸变	枕形畸变

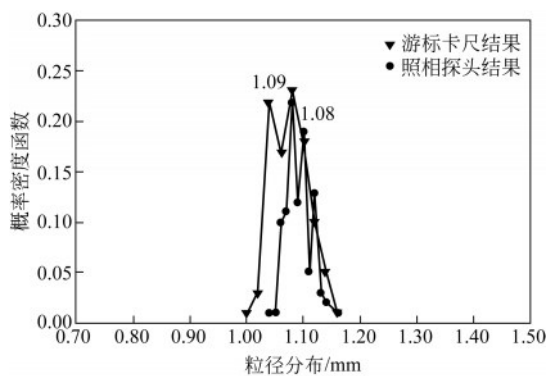
图像足够清晰的前提下，如何将景深范围内的目标颗粒准确选中是图像处理的关键。按照景深的定义，位于景深范围内的颗粒图像清晰，景深之外的颗粒图像模糊。但所谓“清晰”和“模糊”是一种相对的概念，很难通过图像处理软件准确选中目标颗粒。一种比较简单的办法是 3~5 名研究者采用图像处理软件处理同几张图片，这样可减少人的主观性带来的测量误差。另外，多相反应器中的分散相颗粒性状各异，同时当相含率比较高的时候，图像中颗粒之间会存在相互重叠，准确识别每一个颗粒并将重叠颗粒切割、重构是图像处理中一个困难的任務。最常用的颗粒选取方法是基于颗粒性状的方法，这类方法通常是通过霍夫变换<sup>[193]</sup>或其改进方法<sup>[194]</sup>，其中比较典型的一种方法是被用来做气泡识别的同心圆排列法 (concentric circular arrangements, CCA)<sup>[195]</sup>。Ilonen 等<sup>[196]</sup>发展了一种基于图像能谱分析的方法 (image power spectrum, IPS)，在处理气泡图片时比同心圆排列法更加准确。

Wang 等<sup>[75]</sup>设计了两个实验来验证照相法的准确性，使用远心照相探头和游标卡尺分别测量同一批次 100 颗较规则的粒径大约为 1mm 的球形白色树脂颗粒，得到的粒径结果如图 38(a)所示。通过计算可知，采用远心照相探头获得的实验结果和游标卡尺粒径测量误差仅为 0.92%。设计制作了一种理想的均匀流化床，采用粒径约为 1mm 的白色球形树脂颗粒，获得了不同液速下理想膨胀浓度与远心照相探头测量结果[如图 38(b)所示]，两者的最大和平均相对偏差分别为 13.1% 和 7.1%。对浓度测量较大的误差，推测可能原因是：实际的流化状态与理想的均匀流化有差距；没有准确选取景深范围内的颗粒。

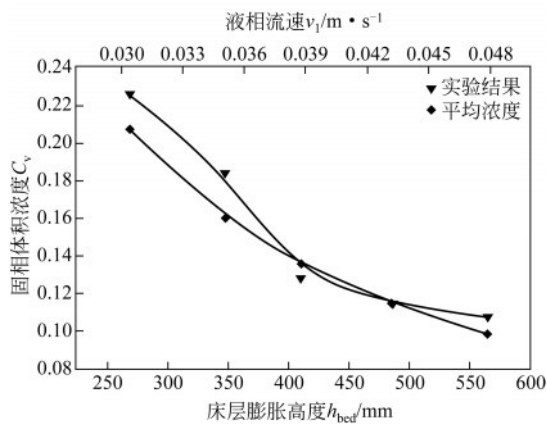
### 2.2.5 照相法的典型应用

如 2.2.4 节的曝光条件部分所述，使用远心照相探头直接对气-液体体系这种两相对光线反射都比

较弱的体系进行拍照时, 所获得图像由于曝光不足, 气泡轮廓无法分辨。向气-液体系中加入痕量  $\text{TiO}_2$  亚微米颗粒, 利用颗粒散射光辅助照明, 有效提高了曝光强度, 气泡轮廓清晰可见, 结果如图 39(a) 所示<sup>[186]</sup>。图 39(b) 所示为邻二甲苯-水体系的图像, 尽管油滴也是透明体, 但其对光线的反射性要优于气泡 (如 2.2.4 节分辨率部分所述), 使用远心照相探头直接进行拍照即可获得清晰图像。石英砂 (主要成分  $\text{SiO}_2$ ) 常常被用作实验室冷模实验中的固相,  $\text{SiO}_2$  散射系数也相对较小, 约为 1.46<sup>[197]</sup>, 同时  $\text{SiO}_2$  颗粒性状不规则, 所以颗粒图像



(a) 粒度测量结果与游标卡尺的比较



(b) 均匀膨胀床中颗粒浓度测量

图 38 远心照相测量仪验证<sup>[95]</sup>

灰度很不均匀, 这增大了图像处理的难度。但总体来说在较低的相含率条件下, 通过图像处理仍可以对固体颗粒进行识别。图像处理软件选中颗粒后, 根据颗粒面积获得颗粒等效直径, 如式(4)。

$$d_e = \frac{2}{\pi} \sqrt{\pi S_p} \quad (4)$$

(3) 声波和激光类技术都具有检测灵敏、不侵入流场和实时在线的优点, 但都受限于低相含率的条件, PIV 和 LDV 在高相含率中应用只局限于很特殊的体系, 还不具备通用性, 仍需努力;

式中,  $d_e$  表示等效直径;  $S_p$  表示被识别颗粒的面积。进而颗粒体积可通过等效直径计算, 根据式(5)得到测量点处颗粒体积分布, 即相含率。

$$C_v = \frac{\sum_{j=1}^n V_j}{n V_{\text{Tot}}} \quad (5)$$

式中,  $C_v$  表示测量范围内的颗粒体积分数;  $V_j$  表示被识别的第  $j$  个颗粒的体积;  $n$  表示所勾画统计的颗粒数;  $V_{\text{Tot}}$  表示测量范围的总体积, 可由式(6)计算。

$$V_{\text{Tot}} = D_{\text{df}} S_{\text{visual}} \quad (6)$$

式中,  $D_{\text{df}}$  表示远镜头的景深;  $S_{\text{visual}}$  表示拍摄可见画面截面积, 由镜头视窗、镜头物镜尺寸和 CMOS 相机的靶面积共同决定<sup>[198]</sup>。

马斌<sup>[199]</sup>利用该远心照相探头对石英砂为固相的气-液-固三相体系进行了图像拍摄, 如图 40(a) 所示。王冠琦等<sup>[75]</sup>在两相测量方法基础上, 提出了“两步图像识别法”对三相图像进行处理: 首先利用性状识别方法, 识别出图像中的气泡并利用上述统计方法获得气泡性质; 之后将气泡从图像中剔除, 进一步处理固体颗粒, 获得固体颗粒性质分布。图 40(a) 中固体颗粒和气泡的尺寸分布处理结果如图 40(b) 和图 40(c) 所示。

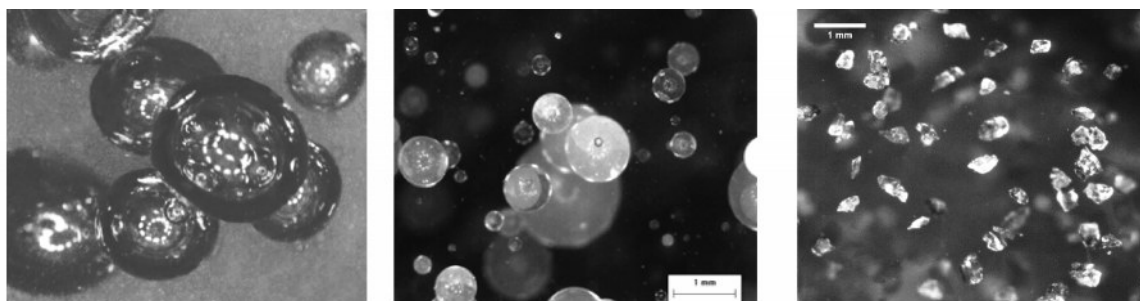
## 3 总结与展望

### 3.1 总结

(1) 采用在线测量技术测量多相反应器的局部性质分布, 认识颗粒及颗粒群运动等非均相特性, 有助于更精准的反应器优化设计和工程放大, 可以更好地验证数值模拟及发展更准确的数学模型。高分散相浓度 (高相含率) 及多个分散相体系局部性质的测量, 是目前多相化工反应器实验研究面临的两个突出难题;

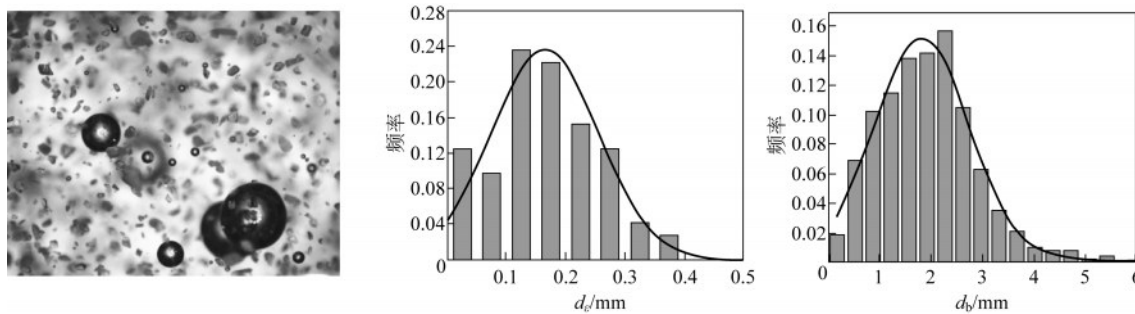
(2) 无论是单针还是多头探针技术, 都存在不能测量小颗粒的问题。尽管如此诸如 PVW、PC 和 PV 等探针 (头) 仍然是最经济的测量气泡尺寸和速度、颗粒浓度和运动速度的反应器非均相特性测量技术, PVW 最多可实现 16 通道测量, PC 和 PV 最高有 70% 相含率的测量报道;

(4) 放射性粒子追踪方法可用于高相含率, 但时空分辨率较差, 测量准确度仍需提高, 而且价格昂贵, 存在安全性问题, 另外只能测量较小的反应器;



(a) 空气-水体系 [ $N=500$  r/m,  $Q=1.16$ L/(L·min)] (b) 邻二甲苯-水体系 ( $\alpha=10\%$ , 体积分数;  $N=150$  r/m) (c) 水-石英砂体系 ( $\alpha=1\%$ , 质量分数;  $N=300$  r/m;  $d_p=300\sim400$   $\mu$ m)

图 39 远心照相测量获得不同体系的图像



(a) 空气-水-石英砂体系 ( $\alpha=1\%$  质量分数;  $N=500$  r/m;  $Q=0.68$ L/(L·min))<sup>[199]</sup> (b) 固体颗粒尺寸分布<sup>[75]</sup> (c) 气泡尺寸分布<sup>[75]</sup>

图 40 远心照相测量技术应用于气-液固三相体系测量

(5) 各种断层扫描技术能很快获得分散相相含率在某个截面上的分布, 但很难做到高空间分辨率和高时间分辨兼得, 被测反应器尺寸受限制以及安全性问题;

(6) 非侵入式照相测量时需要壁面透明或装有视窗, 只能测量壁面附近或很稀相含率的低浓度体系。取样照相属于离线技术, 对于动态变化的过程不准确, 例如测量微气泡较准确, 测大气泡存在很大误差, 另外也很难做到等动量取样;

(7) 侵入式照相技术是近些年发展起来的新技术, 克服了非侵入式照相和取样照相的缺点, 可实现在线测量。可测浓度范围与颗粒粒径等因素有关, 最大可测浓度可接近 100% (体积分数)。中国科学院过程工程所研制的远心照相多相在线测量仪, 具有图像畸变小的突出优点, 已成功实现了气液固三相体系的气含率和固含率的同时测量, 并可以测量三相体系的流速。另外还利用颗粒散射原理发展了工业反应体系常面临的昏暗、浑浊环境测量的辅助照明技术, 在不带来新的侵入式误差条件下实现了更准确的测量。

### 3.2 展望

(1) 利用机械制造等领域的先进技术改进探针

加工技术, 例如已经有研究者采用飞秒激光将探针尖端加工成大约  $10\mu$ m 的尺寸, 大大提高了探针的分辨率;

(2) 声波、激光类和断层扫描技术都需要改进电磁波在多相流中传播时衰减的问题, 这样就可以提高可测量浓度范围和可测更大尺寸反应器;

(3) 照相探头技术能很好地解决目前多相反应器非均相特性测量所面临的难题, 但其毕竟是一种侵入式测量技术, 需要通过实验和 CFD 模拟的方法, 进一步定量评估其侵入式误差并优化操作条件;

(4) 目前对于照相探头的应用研究还不充分, 今后需要在更复杂的体系和条件下 (高温、高压、高浓度和强湍流等) 测试其应用效果;

(5) 为了实现侵入式照相技术的在线测量, 需要发展更加强大的图像实时处理技术, 真正做到图像采集、处理和结果统计同步。

### 参考文献

[1] 毛在砂. 颗粒群研究: 多相流多尺度数值模拟的基础[J]. 过程工程学报, 2008, 28(4): 645-659.  
MAO Z S. Knowledge on particle swarm: The important basis for multi-scale numerical simulation of multiphase flows[J]. The

- Chinese Journal of Process Engineering, 2008, 28(4): 645-659.
- [2] 李良超. 气液反应器局部分散特性的实验与数值模拟[D]. 杭州: 浙江大学, 2008.  
LI L C. Experiment and numerical simulation of local gas dispersion in gas-liquid reactors[D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2008.
- [3] 王铁峰. 气液(浆)反应器流体力学行为的实验研究和数值模拟[D]. 北京: 清华大学, 2004.  
WANG T F. Experimental study and numerical simulation on the hydrodynamics in gas-liquid (slurry) reactors[D]. Beijing: Tsinghua University, 2004.
- [4] FENG X, CHENG J C, LI X Y, et al. Numerical simulation of turbulent flow in a baffled stirred tank with an explicit algebraic stress model[J]. Chemical Engineering Science, 2012, 69(1): 30-44.
- [5] FENG X, LI X Y, CHENG J C, et al. Numerical simulation of solid-liquid turbulent flow in a stirred tank with a two-phase explicit algebraic stress model[J]. Chemical Engineering Science, 2012, 82(11): 272-284.
- [6] FENG X, LI X Y, CHENG J C, et al. Numerical simulation of liquid-liquid turbulent flow in a stirred tank with an explicit algebraic stress model[J]. Chemical Engineering Research and Design, 2013, 91(11): 2114-2121.
- [7] LANE C D, PARISIEN V, MACCHI A, et al. Investigation of bubble swarm drag at elevated pressure in a contaminated system [J]. Chemical Engineering Science, 2016, 152: 381-391.
- [8] BOYER C, DUQUENNE A-M, WILD G. Measuring techniques in gas-liquid and gas-liquid-solid reactors[J]. Chemical Engineering Science, 2002, 57: 3185-3215.
- [9] ROLLBUSCH P, BOTHE M, BECKER M, et al. Bubble columns operated under industrially relevant conditions: current understanding of design parameters[J]. Chemical Engineering Science, 2015, 126: 660-678.
- [10] MURTHY B N, GHADGE R S, JOSHI J B. CFD simulations of gas-liquid-solid stirred reactor: Prediction of critical impeller speed for solid suspension[J]. Chemical Engineering Science, 2007, 62 (24): 7184-7195.
- [11] MAO Z-S, YANG C. Challenges in study of single particles and particle swarms[J]. Chinese Journal of Chemical Engineering, 2009, 17(4): 535-545.
- [12] PAGLIANTI A, PINTUS S, GIONA M. Time-series analysis approach for the identification of flooding/loading transition in gas-liquid stirred tank reactors[J]. Chemical Engineering Science, 2000, 55(23): 5793-5802.
- [13] BRIDGE A G, LAPIDUS L, ELGIN J C. The mechanics of vertical gas-liquid fluidized systems I: Countercurrent flow[J]. AIChE Journal, 1964, 10(6): 819-826.
- [14] DAVIDSON J F, HARRISON D. The behavior of a continuously bubbling fluidized bed[J]. Chemical Engineering Science, 1966, 21: 731-738.
- [15] LOCKETT M J, KIRKPATRICK R D. Ideal bubbly flow and actual flow in bubble columns[J]. Transactions of the Institution of Chemical Engineers, 1975, 53: 267-273.
- [16] CLIFT R, GRACE J R, WEBBER M E. Bubble, drops, and particles[M]. New York: Academic Press, 1978.
- [17] ISHII M AND ZUBER N. Drag coefficient and relative velocity in bubbly, droplet or particulate flows[J]. AIChE Journal, 1979, 25: 843-855.
- [18] FAN L S, TSUCHIYA K, BRENNER H. Bubble wake dynamics in liquids and liquid-solid suspensions[M]. Stoneham, MA: Butterworth-Heinemann, 1990.
- [19] ZHANG L, YANG C, MAO Z-S. Unsteady motion of a single bubble in highly viscous liquid and empirical correlation of drag coefficient[J]. Chemical Engineering Science, 2008, 63: 2099-2106.
- [20] DAVIDSON J F, HARRISON D. The behaviour of a continuously bubbling fluidized bed[J]. Chemical Engineering Science, 1966, 21: 731-738.
- [21] GRIFFITH P, WALLIS G B. Two-phase slug flow[J]. Journal of Heat Transfer, 1961, 83(3): 307-318.
- [22] MARRUCCI G. Rising velocity of a swarm of spherical bubbles [J]. Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals, 1965, 4(2): 224-225.
- [23] SIMONNET M, GENTRIC C, OLMOS E, et al. Experimental determination of the drag coefficient in a swarm of bubbles[J]. Chemical Engineering Science, 2007, 62: 858-866.
- [24] GARNIER C, LANCE M, MARIÉ J L. Measurement of local flow characteristics in buoyancy-driven bubbly flow at high void fraction[J]. Experimental Thermal and Fluid Science, 2002, 26: 811-815.
- [25] ROGHAIR I, LAU Y M, DEEN N G, et al. On the drag force of bubbles in bubble swarms at intermediate and high Reynolds numbers[J]. Chemical Engineering Science, 2011, 66: 3204-3211.
- [26] BEHZADI A, ISSA R I, RUSCHE H. Modelling of dispersed bubble and droplet flow at high phase fractions[J]. Chemical Engineering Science, 2004, 59: 759-770.
- [27] MAO Z S. Numerical simulation of viscous flow through spherical particle assemblage with the modified cell model[J]. Chinese Journal of Chemical Engineering, 2002, 10(2): 149-162.
- [28] MAO Z S, WANG Y F. Numerical simulation of mass transfer in a spherical particle assemblage with the cell model[J]. Powder Technology, 2003, 134(1/2): 145-155.
- [29] LI J H, KWAIK M S. Exploring complex systems in chemical engineering—The multi-scale methodology[J]. Chemical Engineering Science, 2003, 58(2): 521-535.
- [30] LAU Y, ROGHAIR I, DEEN N G, et al. Numerical investigation of the drag closure for bubbles in bubble swarms[J]. Chemical Engineering Science, 2011, 66: 3309-3316.
- [31] KACUNIĆ A, AKRAP M, KUZMANIĆ N. Effect of impeller type and position in a batch cooling crystallizer on the growth of borax decahydrate crystals[J]. Chemical Engineering Research and Design, 2013, 91(2): 274-285.
- [32] SAWADA K. Mechanisms of crystal growth of ionic crystals in solution. Formation, transformation, and growth inhibition of calcium carbonates[M]/OHTAKI H. Crystallization processes. Chichester, England: John Wiley & Sons Ltd., 1998: 39-68.
- [33] 陆杰, 王静康. 反应结晶(沉淀)研究进展[J]. 化学工程, 1999, 27 (4): 24-27.  
LU J, WANG J K. Progress in the study of reactive crystallization (precipitation)[J]. Chemical Engineering, 1999, 27(4): 24-27.
- [34] GARG R K, SARKAR D. Polymorphism control of *p*-aminobenzoic acid by isothermal anti-solvent crystallization[J]. Journal of Crystal Growth, 2016, 454: 180-185.
- [35] 时钧, 汪家鼎, 余国琮, 等. 化学工程手册[M]. 2版. 北京: 化学

- 工业出版社, 1996.
- SHI J, WANG J D, YU G C, et al. Manual of chemical engineering [M]. 2nd ed. Beijing: Chemical Industry Press, 1996.
- [36] GREEN D W. Handbook of industrial crystallization(Second Edition) [M]. 2nd ed. Boston: Butterworth-Heinemann, 2002.
- [37] DONG Y, NG W K, SHEN S, et al. Controlled antisolvent precipitation of spironolactone nanoparticles by impingement mixing[J]. International Journal of Pharmaceutics, 2011, 410: 175-179.
- [38] PIRKLE C, FOGUTH L C, BRENEK S J, et al. Computational fluid dynamics modeling of mixing effects for crystallization in coaxial nozzles[J]. Chemical Engineering and Processing, 2015, 97: 213-232.
- [39] KITAMURA M. Controlling factor of polymorphism in crystallization process[J]. Journal of Crystal Growth, 2002, 237-239: 2205-2214.
- [40] Pixact Ltd. Pixact crystallization monitoring [EB/OL]. <http://www.pixact.fi/crystals.html>.
- [41] 张佳. 基于多阶段 MPCA 方法的间歇过程监测研究[D]. 北京: 北京化工大学, 2006.
- ZHANG J. Multi-phase multiway principal component analysis batch process monitoring study[D]. Beijing: Beijing University of Chemical Technology, 2006.
- [42] 王津津. 间歇反应结晶过程产品质量控制中的在线分析[D]. 广州: 华南理工大学, 2012.
- WANG J J. On-line analysis for quality control in the batch reaction and crystallization process[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2012.
- [43] 姚志湘, 粟晖, 许文强, 等. 过程分析技术的理念与发展[J]. 广西工学院学报, 2010, 21: 4-10.
- YAO Z X, LI H, XU W Q, et al. Philosophy of process analytical technology and development[J]. Journal of Guangxi University of Technology, 2010, 21: 4-10.
- [44] LUCAS D, BEYER M, SZALINSKI P, et al. A new database on the evolution of air-water flows along a large vertical pipe[J]. International Journal of Thermal Sciences, 2010, 49: 664-674.
- [45] 高正明, 王英深, 施力田, 等. 搅拌槽内的气泡尺寸分布[J]. 高校化学工程学报, 1999, 8(3): 283-287.
- GAO Z M, WANG Y S, SHI L T, et al. Bubble size distribution in aerated stirred vessels[J]. Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 1999, 8(3): 283-287.
- [46] VLAEV S D, MARTINOV M. Non-uniformity of gas dispersion in turbine-generated viscoelastic circulation flow[J]. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 1998, 76(3): 405-412.
- [47] HAN M Y, KIM W T, DOCKKO S. Collision efficiency factor of bubble and particle ( $\alpha_{bp}$ ) in DAF: theory and experimental verification[J]. Water Science and Technology, 2001, 43(8): 139-144.
- [48] TAO D, HONAKER R, PAREKH BK, et al. Development of picobubble flotation for enhanced recovery of coarse phosphate particles[M]//Technical Report, Florida Institute of Phosphate Research, 2006: 60.
- [49] YALCIN T, BYERS A, UGHADPAGA K. Dissolved gas method of generating bubbles for potential use in ore flotation[J]. Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, 2002, 23(3/4): 181-197.
- [50] CALDERBANK P H. The interfacial area in gas-liquid contacting with mechanical agitation[J]. Transactions of the Institution of Chemical Engineers, 1958, 36: 443-463.
- [51] ZHANG Y H, YANG C, MAO Z S. Large eddy simulation of the gas-liquid flow in a stirred tank[J]. AIChE Journal, 2008, 54(8): 1963-1974.
- [52] 禹耕之, 毛在砂, 杨超, 等. 一种适用于甲苯法己内酰胺工艺的多相反应器的流体分布器: CN200810110439.4 [P]. 2008.
- YU G Z, MAO Z S, YANG C, et al. A fluid distributor for multiphase reactors suitable for toluene caprolactam process: CN 200810110439.4 [P]. 2008.
- [53] WANG S, METCALFE G, STEWART R L, et al. Solid-liquid separation by particle-flow-instability[J]. Energy and Environmental Science, 2014, 7: 3982-3988.
- [54] WANG L J, CHENG Y W, WANG Q B, et al. Progress in the research and development of *p*-xylene liquid phase oxidation process[J]. Frontiers of Chemical Engineering in China, 2007, 1(3): 317-326.
- [55] ZHANG Y Z. Development outlook of China coal liquefaction technology[J]. Coal Science and Technology, 2006, 34(1): 19-22.
- [56] STEYNBERG A R, DRY M E. Fischer-Tropsch technology[M]. Amsterdam: Elsevier Publisher, 2004.
- [57] BEHKISH A, MEN Z, INGA J R, et al. Mass transfer characteristics in a large-scale slurry bubble column with organic liquid mixtures[J]. Chemical Engineering Science, 2002, 57(16): 3307-3324.
- [58] CHEN P, GUPTA P, DUDUKOVIC M P, et al. Hydrodynamics of slurry bubble column during dimethyl ether (DME) synthesis: gas-liquid recirculation model and radioactive tracer studies[J]. Chemical Engineering Science, 2006, 61(19): 6553-6570.
- [59] VAN ELK E P, BORMAN P C, KUIPERS J A M, et al. Modeling of gas-liquid reactors-stability and dynamic behavior of a hydroformylation reactor[J]. Chemical Engineering Science, 2001, 56(4): 1491-1500.
- [60] ROSSI G. The design of bioreactors[J]. Hydrometallurgy, 2001, 59: 217-231.
- [61] 方兆珩. 生物氧化浸矿反应器的研究进展[J]. 黄金科学技术, 2002, 10(6): 1-7.
- FANG Z H. A review on design and development of bioreactors[J]. Gold Science and Technology, 2002, 10(6): 1-7.
- [62] 周云龙, 孙斌, 李洪伟. 多相流参数检测理论及其应用[M]. 北京: 科学出版社, 2010.
- ZHOU Y L, SUN B, LI H W. Theory and application of multiphase flow parameter detection[M]. Beijing: Science Press, 2010.
- [63] LI W, ZHENG P, JI J Y, et al. Floatation of granular sludge and its mechanism: a key approach for high-rate denitrifying reactor[J]. Bioresource Technology, 2014, 152: 414-419.
- [64] VASSALLO P F, TRABOLD T A, MOORE W E, et al. Measurement of velocities in gas-liquid 2-phase flow using laser-doppler velocimetry[J]. Experiments in Fluids, 1993, 15: 227-230.
- [65] WARSITO W, FAN L S. Measurement of real-time flow structures in gas-liquid and gas-liquid-solid flow systems using electrical capacitance tomography (ECT)[J]. Chemical Engineering Science, 2001, 56: 6455-6462.
- [66] MENA P C, RUZICKA M C, ROCHA F A, et al. Effect of solids on homogeneous-heterogeneous flow regime transition in bubble columns[J]. Chemical Engineering Science, 2005, 60: 6013-6026.
- [67] JOLY-VUILLEMIN C, DE BELLEFON C, DELMAS H. Solid

- effects on gas-liquid mass transfer in three-phase slurry catalytic hydrogenation of adiponitrile over Raney nickel[J]. *Chemical Engineering Science*, 1996, 51: 2149-2158.
- [68] MENA P C, PONS M N, TEIXEIRA J A, et al. Using image analysis in the study of multiphase gas absorption[J]. *Chemical Engineering Science*, 2005, 60: 5146-5152.
- [69] MENA P, ROCHA F, TEIXEIRA J, et al. Measurement of gas phase characteristics using a monofibre optical probe in a three-phase flow[J]. *Chemical Engineering Science*, 2008, 63(16): 4100-4115.
- [70] YANG S F, LI X Y, YANG C, et al. Computational fluid dynamics simulation and experimental measurement of gas and solid holdup distributions in a gas-liquid-solid stirred reactor[J]. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 2016, 55(12): 3276-3286.
- [71] BUSCIGLIO A, GRISAFI F, SCARGIALI F, et al. On the measurement of local gas hold-up, interfacial area and bubble size distribution in gas-liquid contactors *via* light sheet and image analysis: imaging technique and experimental results[J]. *Chemical Engineering Science*, 2013, 102: 551-566.
- [72] QIAN L, LU Y, ZHONG W Q, et al. Developing a novel fibre high speed photography method for investigating solid volume fraction in a 3D spouted bed[J]. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 2013, 91(11): 1793-1799.
- [73] 于佩潜, 门卓武, 卜亿峰, 等. 多相流反应器流体力学参数测试技术进展[J]. *化工学报*, 2013, 64(s1): 8-20.  
YU P Q, MEN Z W, BU Y F, et al. Progress in measuring techniques of hydrodynamic parameters on multi-phase flow reactors[J]. *CIESC Journal*, 2013, 64(s1): 8-20.
- [74] LI X Y, YANG C, YANG S F, et al. Fiber-optical sensors: basics and applications in multiphase reactors[J]. *Sensors*, 2012, 12(9): 12519-12544.
- [75] WANG G Q, LI X Y, YANG C, et al. New vision probe based on telecentric photography and its demonstrative applications in a multiphase stirred reactor[J]. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 2017, 56(23): 6608-6617.
- [76] 孙波. 光纤探针在两相流局部特性研究中的应用[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工程大学, 2012.  
SUN B. Research on the local characteristics of two-phase flow by optical fiber probe[D]. Harbin: Harbin Engineering University, 2012.
- [77] 孔维航. 基于数据融合的光纤探针持气率估计算法研究及实现[D]. 秦皇岛: 燕山大学, 2013.  
KONG W H. Study on estimation algorithm of optical fiber probe void fraction based on data fusion and implementation[D]. Qinhuangdao: Yanshan University, 2013.
- [78] 林宗虎. 能源动力中多相流热物理基础理论与技术研究[M]. 北京: 中国电力出版社, 2010.  
LIN Z H. Theory and technology of multiphase flow thermophysics in energy power[M]. Beijing: China Electric Power Publishing House, 2010.
- [79] 杨胜, 罗毓珊, 陈听宽, 等. 垂直上升管中采用光纤探针测量截面气含率的实验研究[J]. *动力工程*, 2006, 26(6): 875-878.  
YANG S, LUO M S, CHEN T K, et al. Measurement of void fraction in vertical rising pipes by using optical fiber probes[J]. *Journal of Power Engineering*, 2006, 26(6): 875-878.
- [80] ALIYUA A, KIM Y, CHOI S, et al. Development of a dual optical fiber probe for the hydrodynamic investigation of a horizontal annular drive gas liquid ejector[J]. *Flow Measurement and Instrumentation*, 2017, 56: 45-55.
- [81] 刘凤, 刘志华, 郑君杰, 等. 基于双针光纤探头改进的破碎波卷入气泡尺寸测量方法研究[J]. *水动力学研究与进展*, 2013, 28(3): 283-290.  
LIU F, LIU Z H, ZHENG J J, et al. Methodology of an improved technique for the bubble size measure in breaking waves using dual-tip optical fiber probe[J]. *Journal of Hydrodynamics*, 2013, 28(3): 283-290.
- [82] XUE J, AL-DAHMAN M, DUDUKOVIC M P, et al. Bubble dynamics measurements using four-pint optical probe[J]. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 2003, 81(3/4): 375-381.
- [83] ZHOU Y, DUDUKOVIC M P, LIU H, et al. Multiphase hydrodynamics and distribution characteristics in a monolith bed measured by optical fiber probe[J]. *AIChE Journal*, 2014, 60(2): 740-748.
- [84] MUDDE R F. Advanced measurement techniques for GLS reactors [J]. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 2010, 88(4): 638-647.
- [85] SAITO T, OZAWA Y, MATSUDA K, et al. Bubbles and droplets measurement *via* optical fiber probe processed by femtosecond pulse laser [C]//16th International Conference on Nuclear Engineering. American Society of Mechanical Engineers, 2008: 803-813.
- [86] 李希, 李兆奇, 管小平, 等. 气液鼓泡塔流体力学研究进展[J]. *高校化学工程学报*, 2015, 29(4): 766-779.  
LI X, LI Z Q, GUAN X P, et al. Progress in hydrodynamics of gas-liquid bubble columns[J]. *Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities*, 2015, 29(4): 766-779.
- [87] HERBERT P M, GAUTHIER T A, BRIENS C L, et al. Application of fiber optic reflection probes to the measurement of local particle-velocity and concentration in gas-solid flow[J]. *Powder Technology*, 1994, 80(3): 243-252.
- [88] MATSUNO Y, YAMAGUCHI H, OKA T, et al. The use of optic fiber probes for the measurement of dilute particle concentrations-calibration and application to gas-fluidized bed carryover[J]. *Powder Technology*, 1983, 36(2): 215-221.
- [89] ELLIS N, BI H T, LIM C J, et al. Influence of probe scale and analysis method on measured hydrodynamic properties of gas-fluidized beds[J]. *Chemical Engineering Science*, 2004, 59: 1841-1851.
- [90] HONG J, TOMITA Y. Measurement of distribution of solids concentration on high-density gas-solids flow using an optical-fiber probe system[J]. *Powder Technology*, 1995, 83(1): 85-91.
- [91] 蔡进, 李涛, 孙启文, 等. 气固流化床固体浓度分布的冷模研究[J]. *过程工程学报*, 2008(5): 839-844.  
CAI J, LI T, SUN Q W, et al. Solid concentration distribution in a gas-solid fluidized bed[J]. *The Chinese Journal of Process Engineering*, 2008(5): 839-844.
- [92] ZHOU J, GRACE J R, QIN S, et al. Voidage profiles in a circulating fluidized-bed of square cross-section[J]. *Chemical Engineering Science*, 1994, 49(19): 3217-3226.
- [93] ZHANG W, TUNG Y, JOHNSSON F. Radial voidage profiles in fast fluidized-beds of different diameters[J]. *Chemical Engineering Science*, 1991, 46(12): 3045-3052.
- [94] ZHANG H, JOHNSTON P M, ZHU J-X, et al. A novel calibration procedure for a fiber optic solids concentration probe[J]. *Powder*

- Technology, 1998, 100(2/3): 260–272.
- [95] WANG C, LI C, ZHU J X. Axial solids flow structure in a high density gas–solids circulating fluidized bed downer[J]. Powder Technology, 2015, 272: 153–164.
- [96] 吴诚, 高用祥, 高希, 等. 湍动流化床过渡段中颗粒速度分布的光纤测量与模拟[J]. 高校化学工程学报, 2015, 29(1): 11–19.  
WU C, GAO Y X, GAO X, et al. Particle velocity measurements in transition section of turbulent fluidized beds using optical fiber probe and CFD simulation[J]. Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 2015, 29(1): 11–19.
- [97] ZHANG W N, JOHNSON F, LECKNER B. Momentum probe and sampling probe for measurement of particle flow properties in CFB boilers[J]. Chemical Engineering Science, 1997, 52(4): 497–509.
- [98] YE S, QI X, ZHU J X. Direct measurements of instantaneous solid flux in a CFB riser using a novel multifunctional optical fiber probe[J]. Chemical Engineering and Technology, 2009, 32(4): 580–589.
- [99] WU C, GAO Y, CHENG Y, et al. Solid concentration and velocity distributions in an annulus turbulent fluidized bed[J]. Chinese Journal of Chemical Engineering, 2015, 23(7): 1077–1084.
- [100] GENG Q, WANG P, ZHU X, et al. Flow dynamics and contact efficiency in a novel fast–turbulent fluidized bed with ring–feeder internals[J]. Particology, 2015, 21: 203–211.
- [101] HEERTJES P M, VERLOOP J, WILLEMS R. Measurement of local mass flow rates and particle velocities in fluid–solids flow[J]. Powder Technology, 1970, 4(1): 38–40.
- [102] SHI Z H, LI W F, QIAN W W, et al. Liquid–like granular film from granular jet impact[J]. Chemical Engineering Science, 2017, 162: 1–9.
- [103] RAZZAK S A, BARGHI S, ZHU J–X. Application of electrical resistance tomography on liquid–solid two–phase flow characterization in an LSCFB riser[J]. Chemical Engineering Science, 2009, 64: 2851–2858.
- [104] SANG L, ZHU J X. Experimental investigation of the effects of particle properties on solids holdup in an LSCFB riser[J]. Chemical Engineering Journal, 2012, 197: 322–329.
- [105] RAZZAK S A, BARGHI S, ZHU J X. Application of electrical resistance tomography on liquid–solid two–phase flow characterization in an LSCFB riser[J]. Powder Technology, 2010, 199: 77–86.
- [106] SUN H Y, MAO Z S, YU G Z. Experimental and numerical study of gas hold–up in surface aerated stirred tanks[J]. Chemical Engineering Science, 2006, 61(12): 4098–4110.
- [107] 朱姝, 包云雨, 陈雷, 等. 用电导探针测定气液多层浆液搅拌槽内气泡尺寸分布[J]. 高校化学工程学报, 2011, 25(6): 977–984.  
ZHU S, BAO Y Y, CHEN L, et al. Bubble size distributions measurement in a gas–liquid multi–impeller stirred tank by using dual–conductivity probe[J]. Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 2011, 25(6): 977–984.
- [108] 陈雷. 热态多相搅拌反应器流体力学性能研究[D]. 北京: 北京化工大学, 2009.  
CHEN L. Fluid dynamics of multi–phase stirred reactors at elevated temperature[D]. Beijing: Beijing University of Chemical Technology, 2009.
- [109] RAMPURE M R, KULKARNI A A, RANADE V V. Hydrodynamics of bubble column reactors at high gas velocity: Experiments and computational fluid dynamics (CFD) simulations [J]. Industrial and Engineering Chemistry Research, 2007, 46(25): 8431–8447.
- [110] CHEN Z, ZHENG C, FENG Y, et al. Local bubble behavior in three–phase fluidized beds[J]. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 1998, 76(2): 315–318.
- [111] MAC TAGGART R S, NASR–EL–DIN H A, MASLIYAH J H. A conductivity probe for measuring local solids concentration in a slurry mixing tank[J]. Separations Technology, 1993, 3(3): 151–160.
- [112] MICHELETTI M, NIKIFORAKI L, LEE K C, et al. Particle concentration and mixing characteristics of moderate–to–dense solid–liquid suspensions[J]. Industrial and Engineering Chemistry Research, 2003, 42(24): 6236–6249.
- [113] NASR–EL–DIN H A, MASLIYAH J H, MACTAGGART R S. Local solids concentration measurement in a slurry mixing tank[J]. Chemical Engineering Science, 1996, 51(8): 1209–1220.
- [114] ANGLE C W. Effects of sand fraction on toluene–diluted heavy oil in water emulsions in turbulent flow[J]. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 2004, 82(4): 722–734.
- [115] GREAVES M, KOBACZY KAH. Measurement of bubble size distribution in turbulent gas–liquid dispersions[J]. Transactions of the Institution of Chemical Engineers, 1984, 62: 3–12.
- [116] BARIGOU M, GREAVES M. A capillary suction probe for bubble size measurement[J]. Measurement Science and Technology, 1991, 2: 318–326.
- [117] BARIGOU M, GREAVES M. Bubble size distributions in a mechanically agitated gas–liquid contactor[J]. Chemical Engineering Science, 1992, 47: 2009–2025.
- [118] ALVES S S, MAIA C I, VASCONCELOS J M T, et al. Bubble size in aerated stirred tanks[J]. Chemical Engineering Journal, 2002, 89: 109–117.
- [119] Dynaflow, Inc. Bubble measurements [EB/OL]. <http://www.dynaflow-inc.com/newsletters/ABSnewsletter.html>.
- [120] WU X J, CHAHINE G L. Development of an acoustic instrument for bubble size distribution measurement[J]. J Hydrodyn., Ser. B, 2010, 22(5): 330–336.
- [121] CODY G D, GOLDFARB D J, JR G V S, et al. Particle granular temperature in gas fluidized beds [J]. Powder Technology, 1996, 87 (3): 211–232.
- [122] BOYD J W R, VARLEY J. The uses of passive measurement of acoustic emissions from chemical engineering processes[J]. Chemical Engineering Science, 2001, 56(5): 1749–1767.
- [123] 黄正梁, 王靖岱, 阳永荣. 声波的多尺度分解与搅拌釜中浆液浓度的测量[J]. 化工学报, 2006, 57(9): 2062–2067.  
HUANG Z L, WANG J D, YANG Y R. Measurement of slurry concentration in stirred vessel based on AE measurement by wavelet transform [J]. Journal of Chemical Industry and Engineering (China), 2006, 57(9): 2062–2067.
- [124] WANG J D, REN C J, YANG Y R, et al. Characterization of particle fluidization pattern in a gas solid fluidized bed based on acoustic emission (AE) measurement[J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2009, 48(18): 8508–8514.
- [125] WANG J D, REN C J, YANG Y R. Characterization of flow regime transition and particle motion using acoustic emission measurement in a gas–solid fluidized bed[J]. AIChE Journal, 2010, 56(5): 1173–1183.



- [126] REN C J, WANG J D, SONG D, et al. Determination of particle size distribution by multi-scale analysis of acoustic emission signals in gas-solid fluidized bed[J]. *Journal of Zhejiang University—Science A*, 2011, 12(4): 260–267.
- [127] BOOK G, ALBION K, BRIENS L, et al. On-line detection of bed fluidity in gas-solid fluidized beds with liquid injection by passive acoustic and vibrometric methods[J]. *Powder Technology*, 2011, 205(1/2/3): 126–136.
- [128] LIU J T, WANG W, CHU N, et al. Numerical simulations and experimental validation on passive acoustic emissions during bubble formation[J]. *Applied Acoustics*, 2018, 130: 34–42.
- [129] WU H, PATTERSON G K. Laser-doppler measurements of turbulent-flow parameters in a stirred mixer[J]. *Chemical Engineering Science*, 1989, 44(10): 2207–2221.
- [130] WANG W J, MAO Z S, YANG C. Experimental and numerical investigation on gas holdup and flooding in an aerated stirred tank with Rushton impeller [J]. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 2006, 45(3): 1141–1151.
- [131] VAN ENGELANDT G, DE WILDE J, HEYNDERICKX G J, et al. Experimental study of inlet phenomena of 35 degrees inclined non-aerated and aerated Y-inlets in a dilute cold-flow riser[J]. *Chemical Engineering Science*, 2007, 62(1/2): 339–355.
- [132] KOHNEN C, BOHNET M. Measurement and simulation of fluid flow in agitated solid/liquid suspensions[J]. *Chemical Engineering and Technology*, 2001, 24: 639–643.
- [133] VIRDUNG T, RASMUSON A. Measurements of continuous phase velocities in solid-liquid flow at elevated concentrations in a stirred vessel using LDV[J]. *Chemical Engineering Research and Design*, 2007, 85(2): 193–200.
- [134] DEEN N G, SOLBERG T, HJERTAGER B H. Flow generated by an aerated Rushton impeller: two-phase PIV experiments and numerical simulations[J]. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 2002, 80(4): 638–652.
- [135] TAMBURINI A, CIPOLLINA A, MICALE G, et al. CFD simulations of dense solid-liquid suspensions in baffled stirred tanks: prediction of suspension curves[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2011, 178: 324–341.
- [136] RAFFEL M, WILLERT C, KOMPENHANS J, et al. Particle image velocimetry: a practical guide [M]. 3rd ed. Berlin: Springer, 2018:8.
- [137] 王希麟, 张大力, 常辙, 等. 两相流场粒子成像测速技术(PTV-PIV)初探[J]. *力学学报*, 1998, 30(1): 121–125.  
WANG X L, ZHANG D L, CHANG Z, et al. Preliminary investigation of particle image velocimetry (PTV-PIV) technique in two-phase flow[J]. *Acta Mechanica Sinica*, 1998, 30(1): 121–125.
- [138] MONTANTE G, OCCULTI M H, MAGELLI F, et al. PIV measurements of mean flow and turbulence modulation in dilute solid-liquid stirred tanks [C]//15th Int. Symp. on Appl. of Laser Techniques to Fluid Mechanics, Lisbon, Portugal. 2010.
- [139] 杨斌, 高凯, 淡勇, 等. 化工搅拌釜内流动测量技术的应用进展[J]. *化工进展*, 2012, 31(11): 2364–2372, 2399.  
YANG B, GAO K, DAN Y, et al. Development of the flow measurement techniques used in the experimental study of the chemical stirred tank[J]. *Chemical Industry and Engineering Progress*, 2012, 31(11): 2364–2372, 2399.
- [140] MONTANTE G, PAGLIANTI A, MAGELLI F. Analysis of dilute solid-liquid suspensions in turbulent stirred tanks[J]. *Chemical Engineering Research and Design*, 2012, 90: 1448–1456.
- [141] LI G H, GAO Z M, LI Z P, et al. Particle-resolved PIV experiments of solid-liquid mixing in a turbulent stirred tank[J]. *AIChE Journal*, 2018, 64(1): 389–402.
- [142] DEVANATHAN N, MOSLEMIAN D, DUDUKOVIC M P. Flow mapping in bubble columns using CARPT[J]. *Chemical Engineering Science*, 1990, 45(8): 2285–2291.
- [143] RAMMOHAN A R, KEMOUN A, AL-DAHMAN M H, et al. Characterization of single phase flows in stirred tanks via computer automated radioactive particle tracking (CARPT) [J]. *Chemical Engineering Research and Design*, 2001, 79(A8): 831–844.
- [144] VESVIKAR M S, AL-DAHMAN M. Hydrodynamics investigation of laboratory-scale internal gas-lift loop anaerobic digester using non-invasive CAPRT technique[J]. *Biomass and Bioenergy*, 2016, 84: 98–106.
- [145] GUIDA A, NIENOW A W, BARIGOUE M. Mixing of dense binary suspensions: multi-component hydrodynamics and spatial phase distribution by PEPT[J]. *AIChE Journal*, 2011, 57(9): 2302–2315.
- [146] WAHAB Y A, RAHIM R A, RAHIMAN MHF, et al. Non-invasive process tomography in chemical mixtures—A review[J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2015, 210: 602–617.
- [147] YANG W Q, BECK M S, BYARS M M. Electrical capacitance tomography—From design to applications[J]. *Measurement and Control*, 1995, 28(9): 261–266.
- [148] DYAKOWSKI T, EDWARDS R B, XIE C G, et al. Application of capacitance tomography to gas-solid flows[J]. *Chemical Engineering Science*, 1997, 52(13): 2099–2110.
- [149] 薛倩. 基于 $\gamma$ -CT/ECT的多相管流可视化测量[D]. 天津: 天津大学, 2012.  
XUE Q. Visualized measurement of multiphase pipe flow using  $\gamma$ -CT/ECT[D]. Tianjin: Tianjin University, 2012.
- [150] MANN R, WANG M, FORREST A E, et al. Gas-liquid and miscible liquid mixing in a plant-scale vessel monitored using electrical resistance tomography[J]. *Chemical Engineering Communications*, 1999, 175: 39–48.
- [151] WANG M, DORWARD A, VLAEV D, et al. Measurements of gas-liquid mixing in a stirred vessel using electrical resistance tomography[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2000, 77: 93–98.
- [152] HUI L K, BENNINGTON C P J, DUMONT G A. Cavern formation in pulp suspensions using side entering axial-flow impellers[J]. *Chemical Engineering Science*, 2009, 64: 509–519.
- [153] HAMIDIPOUR M, LARACHI F. Dynamics of filtration in monolith reactors using electrical capacitance tomography[J]. *Chemical Engineering Science*, 2010, 65: 504–510.
- [154] WARSITO W, FAN L S. Neural network based multi-criterion optimization image reconstruction technique for imaging two- and three-phase flow systems using electrical capacitance tomography [J]. *Measurement Science and Technology*, 2001, 12(12): 2198–2210.
- [155] WARSITO W, FAN L S. Dynamics of spiral bubble plume motion in the entrance region of bubble columns and three-phase fluidized beds using 3DECT[J]. *Chemical Engineering Science*, 2005, 60: 6073–6084.
- [156] CHAOUKI J, LARACHI F, DUDUKOVIC M P. Noninvasive tomography and velocimetric monitoring of multiphase flows[J].

- Industrial and Engineering Chemistry Research, 1997, 36: 4476–4503.
- [157] JASON J F, THEODORE J H, TERRENCE C J, et al. X-ray computed tomography of a gas-sparged stirred-tank reactor[J]. Chemical Engineering Science, 2008, 63(8): 2075–2085.
- [158] BIEBERLE M, FISCHER F, SCHLEICHER E, et al. Experimental two-phase flow measurement using ultra fast limited-angle-type electron beam X-ray computed tomography[J]. Experiments in Fluids, 2009, 47(3): 369–378.
- [159] BODEN S, BIEBERLE M, HAMPEL U. Quantitative measurement of gas hold-up distribution in a stirred chemical reactor using X-ray cone-beam computed tomography[J]. Chemical Engineering Journal, 2008, 139(2): 351–362.
- [160] FORD J J, HEINDEL T J, JENSEN T C, et al. X-ray computed tomography of a gas-sparged stirred-tank reactor[J]. Chemical Engineering Science, 2008, 63(8): 2075–2085.
- [161] HEINDEL T J, GRAY J N, JENSEN T C. An X-ray system for visualizing fluid flows[J]. Flow Measurement and Instrumentation, 2008, 19(2): 67–78.
- [162] THATTE A R, GHADGE R S, PATWARDHAN A W, et al. Local gas holdup measurement in sparged and aerated tanks by  $\gamma$ -ray attenuation technique[J]. Industrial and Engineering Chemistry Research, 2004, 43(17): 5389–5399.
- [163] KHOPKAR A R, RAMMOHAN A R, RANADE V V, et al. Gas-liquid flow generated by a Rushton turbine in stirred vessel: CARPT / CT measurements and CFD simulations[J]. Chemical Engineering Science, 2005, 60(8): 2215–2229.
- [164] JEREMY L H, ALEX C S, THEODORE J H, et al. X-ray computed tomography in large bubble columns[J]. Chemical Engineering Science, 2005, 60(22): 6124–6133.
- [165] HAMPEL U, HRISTOV H V, BIEBERLE A, et al. Application of high-resolution gamma ray tomography to the measurement of gas hold-up distributions in a stirred chemical reactor[J]. Flow Measurement and Instrumentation, 2007, 18(5): 184–190.
- [166] PARUL T, VIVEK V B. Experimental characterization of dense gas-liquid flow in a bubble column using voidage probes[J]. Chemical Engineering Journal, 2017, 308: 912–928.
- [167] DOMINIC P, VALOIS P, CONNOR F, et al. Particle agglomeration in gas-liquid-solid fluidized beds with a dispersed immiscible liquid: study on particle size, shape and material[J]. Powder Technology, 2014, 266: 45–60.
- [168] BESAGNI G, INZOLI F. Bubble size distributions and shapes in annular gap bubble column[J]. Experimental Thermal and Fluid Science, 2016, 74: 27–48.
- [169] GOMEZ C, FINCH J. Gas dispersion measurements in flotation cells[J]. International Journal of Mineral Processing, 2007, 84: 51–58.
- [170] VAZIRIZADEH A, BOUCHARD J, CHEN Y. Effect of particles on bubble size distribution and gas hold-up in column flotation[J]. International Journal of Mineral Processing, 2016, 157: 163–173.
- [171] AMINI E, BRADSHAW D, FINCH J, et al. Influence of turbulence kinetic energy on bubble size in different scale flotation cells [J]. Minerals Engineering, 2013, 45: 146–150.
- [172] MALDONADO M, DESBIENS A, POULIN É, et al. Automatic control of bubble size in a laboratory flotation column[J]. International Journal of Mineral Processing, 2015, 141: 27–33.
- [173] LI X Y, LI P P, ZU L Z, et al. Gas-liquid mass transfer characteristics with microbubble aeration—I. Standard stirred tank [J]. Chemical Engineering & Technology, 2016, 39(5):945–952.
- [174] 陈方圆, 李平平, 李向阳, 等. 侵入式光纤照相法测量气泡尺寸分布[J]. 过程工程学报, 2016, 16(3): 361–366.
- CHEN F Y, LI P P, LI X Y, et al. An immersed fibre-optic photoimaging method for measurement of bubble size[J]. The Chinese Journal of Process Engineering, 2016, 16(3): 361–366.
- [175] HONKANEN M, ELORANTA H, SAARENINNE P. Digital imaging measurement of dense multiphase flows in industrial processes[J]. Flow Measurement and Instrumentation, 2010, 21(1): 25–32.
- [176] HARTGE E U, RENSNER D, WERTHER J. Circulating fluidized bed technology II[M]. Oxford: Pergamon Press, 1988.
- [177] JOHNSON H, JOHNSON F. Measurements of local solids volume-fraction in fluidized bed boilers[J]. Powder Technology, 2001, 115: 13–26.
- [178] 秦邵宗, 李国征. 运动颗粒图象分析系统的研究[J]. 化学反应工程与工艺, 1990, 6(2): 58–63.
- QIN S Z, LI G Z. Study on image analysis system for moving particles[J]. Chemical Reaction Engineering and Technology, 1990, 6(2): 58–63.
- [179] Nanjing Chunhui Science and Technology Industrial Co., Ltd. Quartz beam and optical cable [EB/OL]. [http://www.china-light-guides.com/products\\_detail/productId=68.html](http://www.china-light-guides.com/products_detail/productId=68.html).
- [180] Mettler Toledo. Real-time microscopy for crystals, particles and droplets [EB / OL]. [http://www.mt.com/us/en/home/products/LI\\_AutochemProducts/FBRM-PVM-Particle-System-Characterization/PVM.html](http://www.mt.com/us/en/home/products/LI_AutochemProducts/FBRM-PVM-Particle-System-Characterization/PVM.html).
- [181] SOPAT GmbH. Smart online particle analysis technology [EB/OL]. <https://sopat.de/en/>.
- [182] Pixact Ltd.Solutions [EB/OL]. <http://www.pixact.fi/solutions.html>.
- [183] 杨超, 李向阳, 杨士芳, 等. 一种浸入式在线多相测量仪及测量方法: CN201610245332.5 [P]. 2016.
- YANG C, LI X Y, YANG S F, et al. An immersive on-line multiphase measuring instrument and its measuring method: CN201610245332.5 [P]. 2016.
- [184] XIAO Y T, LI X Y, YANG C, et al. Particle scattering photography approach for dim multiphase reactors I: Theoretical model and simulation[J]. Industrial and Engineering Chemistry Research, 2018, 57(25): 8396–8404.
- [185] PANCKOW R P, REINECKE L, CUELLAR M C, et al. Photo-optical *in-situ* measurement of drop size distributions: applications in research and industry[J]. Oil & Gas Science and Technology: Revue IFP Energies Nouvelles, 2017, 72(3): 14–30.
- [186] XIAO Y T, LI X Y, YANG C, et al. Particle scattering photography approach for poorly-illuminated multiphase reactors. II: Experimental validation and optimization[J]. Industrial and Engineering Chemistry Research, 2018, 57(25): 8405–8412.
- [187] 王冠琦. 基于远心照相的新型照相探头及用于多相搅拌槽测量[D]. 北京: 中国科学院大学, 2017.
- WANG G Q. New vision probe based on telecentric photography and its demonstrative applications in a multiphase stirred reactor [D]. Beijing: University of Chinese Academy of Sciences, 2017.
- [188] OVERBY D R, JOHNSON M. Studies on depth-of-field effects in microscopy supported by numerical simulations[J]. Journal of Microscopy, 2005, 220: 176–189.
- [189] Baidu Co., Ltd. Telecentric [EB / OL]. <https://baike.baidu.com/>

- item/%E8%BF%9C%E5%BF%83%E9%95%9C%E5%A4%B4/667556?fr=aladdin.
- [190] HAN M, SHA Z L, LAARI A, et al. CFD-PBM coupled simulation of an airlift reactor with non-newtonian fluid[J]. *Oil & Gas Science and Technology: Revue IFP Energies Nouvelles*, 2017, 72:26.
- [191] BESAGNI G, BRAZZALE P, FIOCCA A, et al. Estimation of bubble size distributions and shapes in two-phase bubble column using image analysis and optical probes[J]. *Flow Measurement and Instrumentation*, 2016, 52: 190-207.
- [192] RZEHAK R, KRAUB M, KOVÁTS P, et al. Fluid dynamics in a bubble column: new experiments and simulations[J]. *International Journal of Multiphase Flow*, 2017, 89: 299-312.
- [193] DUDA R O, HART P E. Using the Hough transform to detect lines and curves in pictures[J]. *Communications of the ACM*, 1972, 15: 11-15.
- [194] KYRKI V, KÄLVIAINEN H. Combination of local and global line extraction[J]. *Journal of Real-Time Imaging JRTI*, 2000, 6(2): 79-91.
- [195] STROKINA N, MATAS J, EEROLA T, et al. Detection of bubbles as concentric circular arrangements[C]//*Pattern Recognition (ICPR)*, 2012 21st International Conference on. IEEE, 2012: 2655-2659.
- [196] ILONEN J, EEROLA T, MUTIKAINEN H, et al. Estimation of bubble size distribution based on power spectrum [C]//*Iberoamerican Congress on Pattern Recognition*. Springer, Cham, 2014: 38-45.
- [197] MALITSON I H. Interspecimen comparison of the refractive index of fused silica[J]. *Journal of the Optical Society of America*, 1965, 55: 1205-1208.
- [198] 杨超, 李向阳, 王冠琦, 等. 一种多相体系中颗粒浓度和粒径的在线测量方法:CN201610245330.6 [P]. 2016.
- YANG C, LI X Y, WANG G Q, et al. An on-line measurement method for particle concentration and particle size in multiphase system: CN 201610245330.6 [P]. 2016.
- [199] 马斌. 取样法测三相搅拌槽局部相含率及气液传质的研究[D]. 北京: 中国矿业大学, 2016.
- MA B. Study on sampling method for measuring local phase holdup and gas-liquid mass transfer in three-phase stirred tank [D]. Beijing: China University of Mining and Technology, 2016.