

工艺与设备

微波场薄膜蒸发器开发及液膜流动性能研究

李洪^{1,2,3}, 刘佳惠¹, 李鑫钢^{1,2,3}, 高鑫^{1,2,3*}(1.天津大学化工学院,天津 300072; 2.精馏技术国家工程研究中心,天津 300072;
3.天津化学化工协同创新中心,天津 300072)

摘要:为有效利用微波实现混合物高效分离,依据微波场强化分离的特点开发了适用于微波场的薄膜蒸发分离装置,并分析了蒸发器内液膜流动特性。采用脉冲示踪法探究了进料流量和转速对停留时间的影响。结果表明,进料流量越大,蒸发器的平均停留时间越短,停留时间分布密度曲线均向左移,且分布密度峰值升高、曲线变窄。在小流量下,转速增大,平均停留时间也增大,而在较大流量下,转速对平均停留时间的影响不明显,且转速对分布密度的影响较弱。

关键词:薄膜蒸发器;停留时间分布;液膜流动;脉冲示踪法;微波场

中图分类号:TQ205

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2018)10-0180-05

DOI:10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2018.10.040

Development of thin film evaporator for microwave field and study on flowing performance of liquid film

LI Hong^{1,2,3}, LIU Jia-hui¹, LI Xin-gang^{1,2,3}, GAO Xin^{1,2,3*}

(1.School of Chemical Engineering and Technology, Tianjin University, Tianjin 300072, China;

2.National Engineering Research Center of Distillation Technology, Tianjin 300072, China;

3.Collaborative Innovation Center of Chemical Science and Engineering (Tianjin), Tianjin 300072, China)

Abstract: To utilize microwave effectively to realize efficient separation of mixtures, a thin film evaporator suitable for microwave field is developed according to the characteristics of microwave-enhanced separation and the flowing performance of liquid film in the evaporator is analyzed. The influences of feeding flow rate and rotation speed on residence time are investigated through pulse-tracer method. It is shown that the larger the feeding flow rate, the shorter the average residence time (ART) in the evaporator, the residence time distribution (RTD) density curves will move to left and become narrower and the peak of distribution density get higher. Under smaller flow rate, ART increases with the increment of rotation speed, while the effect of rotation speed on ART is not obvious under larger flow rate. Meanwhile, the influence of rotation speed on RTD density is weaker, especially at low flow rate.

Key words: thin film evaporator; residence time distribution; liquid film flowing; pulse-tracer method; microwave field

微波是频率在 300 MHz~300 GHz、对应波长在 1 m~1 mm 的一种电磁波^[1],微波加热是一种“体加热”,具有加热迅速、均匀等优点,而根据加热介质的极性和介电性质^[2]差异,微波加热还具有选择性加热的特点。作为一种重要的外场强化手段,微波加热在化工领域有着广泛的研究^[3]。根据微波场对化工分离过程,尤其是蒸馏分离^[4]和二元体系相平衡^[5]的影响的研究,发现微波可以影响某些体系的相平衡,改变组分间相对挥发度^[6],影响分离过程中的气液相组成,进而促进分离过程。然而微波强化技术需要一些特殊的要求,Altman 等^[7]研究了分离过程中微波辐射位置的影响,发现只有当微波辐射于气液界面时,对分离才有强化效果,而作用于液相主体时基本没有影响。

蒸发分离技术是在液体表面发生的气化过程,

是通过加热使溶液中一部分溶剂气化,以提高溶液中非挥发性组分的浓度,实现两组分的分离^[8]。当二元混合物中某一组分为具有强介电性质的易吸波物质时,微波辐射会选择性地加热易吸波组分,使其获得更高动能、产生气化;若气化的分子可以及时离开分离系统,则有望实现微波辐射对此类二元混合物分离的强化。因此,开发一种适用于微波场且可以减少气液相接触的蒸发装置,会为微波外场强化分离的研究提供设备支撑,为分离手段的选择提供新的思路。

因膜状流动具有更大的蒸发表面积,且易于控制流动时间、优化流动形态,因此本文中依据薄膜蒸发原理进行蒸发器的开发,旨在设计适用于微波场中的可形成均匀薄膜的刮膜蒸发器,以实现及时地将气化分子分离出来,很好地解决因分子碰撞引起的传质问题,增大蒸发强度,同时利用微波对特殊物

收稿日期:2018-03-21;修回日期:2018-07-22

基金项目:国家重点研发计划(2018FYB0604903);国家自然科学基金(21306128,21336007)

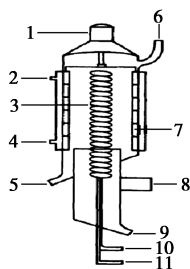
作者简介:李洪(1980-),女,博士,研究员,研究方向为传质与分离工程、化工分离过程强化及非常规化石能源炼制,lihong.tju@163.com;高鑫(1984-),男,博士,副教授,研究方向为传质与分离工程、化工分离过程强化及非常规化石能源炼制,通讯联系人,gaoxin@tju.edu.cn。

质的选择性加热实现体系分离的强化。此外,蒸发器内的流体流动过程是分析体系在蒸发器内受微波辐射时间、传质与传热、动量传递的基础。停留时间^[9]是指液体从系统的入口到出口共耗费的时间;停留时间分布(resident time distribution, RTD)是微观流动的宏观体现,可反映流动过程溶液在液膜内的流速分布不均、流体的分子扩散和湍流扩散、刮膜器的搅拌作用引起的强制对流,以及蒸发器上方凹槽或底部安装存在的死区(滞留区)等情况。而平均停留时间(average resident time, ART)可反映宏观流体流经蒸发器的快慢。对于高度一定、液膜厚度固定的蒸发器,在连续进料的过程中,进料流量会影响流体流经蒸发器的快慢,即液膜内溶液的更新;当采用刮膜方式形成液膜时,转速^[10]也会影响流体的流动情况。

因此本文中自主设计并搭建了适用于微波场的刮膜蒸发器,并采用脉冲示踪法测量了液膜内流体在蒸发器内的停留时间分布,探究了不同操作条件对流体流动的影响。

1 微波外场诱导分离薄膜蒸发器的开发

为了更有效地利用微波能,蒸发部分应置于微波场中,并使微波辐射形成均匀薄液膜。为了形成薄液膜,一般可通过降膜或刮膜实现。降膜蒸发器^[11]由液体分布器和成膜蒸发区域构成,液膜在重力和气流的作用下形成,膜内液体的流动形态主要是层流。而在垂直刮膜蒸发器内,液膜是在旋转刮膜器的作用下形成的^[12],液膜的形成与重力、离心力和曳力有关,膜内流体不仅有轴向运动,还有切向运动。因此,通过垂直刮板形成的液膜具有连续、厚度均匀、高度湍流的优点。常规的刮膜式蒸发器主要由液体分布器、转子、蒸发壁面和冷凝器4部分构成,如图1所示。在蒸发壁面外部设有加热系统,加



1—电机;2—导热油出口;3—冷凝器;4—导热油入口;
5—重组分出口;6—进料管;7—转子;8—接冷阱;
9—轻组分出口;10—凝水出口;11—凝水入口

图1 刮膜式蒸发器示意图

热物质作为热源为待分离体系提供热量,使液体受热蒸发,冷凝器设置在蒸发器的轴心处,通过内部的循环冷却水使蒸发产生的气相冷凝成液相,并在底部收集。但是由于容器内分子是不断运动的,一部分气化的分子会返回到液体中,因此冷凝面与蒸发壁面的间距需要根据分子平均自由程严格设计,以使冷凝达到最大限度,实现最大程度的分离。

然而,由于金属材料大多属于微波反射体^[13],常规的金属转子或刮板并不适于微波场,且流经蒸发器内部的凝水可吸收微波,从而影响微波加热功率和微波场分布。因此微波外场中的刮膜蒸发器的设计需考虑以下几点。

(1)冷却介质循环水是强极性、易吸波物质,在微波场中很容易吸收微波而被加热,因此,冷凝器需设置在微波场外。

(2)应开发一种适用于多种体系、使气化分子及时移出的装置,减少气化分子返回液体,使分离强度尽可能大。

(3)所有制作材料应为微波透明体,即可以透过微波、完全不吸收微波,从而避免微波能的损失或引起微波场分布和加热不均匀。

(4)为了与常规加热做对比,需设置常规加热系统,且应当考虑设备安装问题,使实验操作简便。

综合以上条件,本文中设计了一种圆筒状刮膜蒸发装置,如图2所示,蒸发器和刮膜器的几何尺寸见表1。相比于常规刮膜式蒸发器,有以下改良。

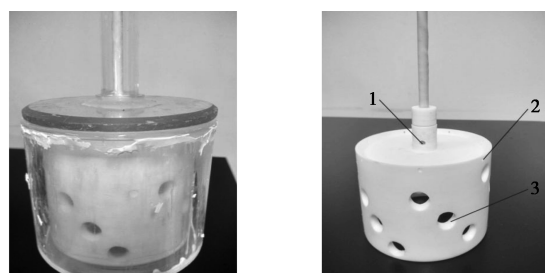
(1)刮膜器由聚四氟乙烯制成,这种材料不仅可以完全透过微波,并具有很好的抗热性。蒸发器由玻璃制成,也不吸收微波,蒸发器的内壁制成磨砂面,其粗糙度可以有效增加流动阻力、产生局部湍流或旋涡,可以加大蒸发面积,使液膜分布更加均匀。

(2)刮膜器上方设有壁面均匀开孔的凹槽,相当于溢流堰和液体分布器。进入蒸发器的液体首先在凹槽内收集,并从小孔流出,小孔可限制凹槽内的液位,避免因刮膜器的高速旋转造成液体向上飞溅或流动不均。

(3)蒸发器外部安装有有机玻璃制成的夹套,夹套内通有一定温度的循环水作为常规加热的热源,装置安装固定好后,无需进行拆卸即可实现常规加热和微波辐射下的蒸发分离实验。

(4)刮膜器壁面上设有向上倾斜45°的圆孔,气化的分子可从圆孔向上方逃逸,刮膜器的高速旋转可避免气化的分子重新返回液相主体,增大了分离强度。蒸出的气相从喷气孔移出后,在外部冷凝器

中冷凝并进行收集,冷凝水无需流经微波腔,可简化装置、便于取样。



(a) (b)
1—喷气孔;2—溢流孔;3—蒸发孔

图 2 蒸发器及刮膜器实物图

表 1 蒸发器和刮膜器的几何尺寸 mm

设备	项	尺寸
蒸发器	直径	101
	高	100
	壁厚	5
刮膜器	直径	100
	高	80
	壁厚	5
	开孔直径	13
	凹槽高度	5
	溢流孔直径	1.8
	喷气孔直径	5

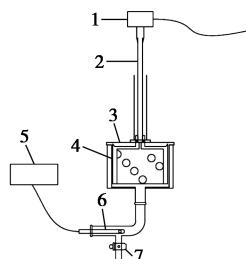
2 液膜流动性能实验研究

2.1 实验原料与测量装置

以蒸馏水作为研究流体,选取氯化钾为示踪剂。

主要实验仪器:电导率仪 1 台(型号 DDSJ-318,上海仪电科学仪器股份有限公司),电导电极 1 支(型号 DJS-1D,电导常数 0.985),数显电动搅拌器 1 台(DW-3 型),永磁直流电动机(ZD267 型,24 V,60 W)。

实验中所用蒸发器的停留时间分布测量装置示意图如图 3 所示。



1—电动机;2—搅拌棒;3—蒸发腔;4—刮膜器;
5—电导率仪;6—电导电极;7—阀门

图 3 停留时间测量装置示意图

2.2 实验方法与步骤

采用脉冲示踪响应技术测定蒸发器上液膜的停留时间分布,并采用单因素分析法探究不同进料流量和转速对蒸发器内停留时间的影响。选择电导率法获得示踪剂的浓度,即根据流体在不同时刻的电导率得到示踪剂浓度随时间的变化关系。

配置饱和 KCl 溶液作为示踪剂,蒸馏水通过蠕动泵由蒸发器入口缓缓加入,待蒸发器内形成均匀的液膜并保持稳定流动后,于某一时刻(记为 $t=0$)极快地向蒸发器入口处流体中注入 0.1 mL 饱和 KCl 溶液,同时电脑开始自动连续记录电导率示数(记录间隔为 1 s),待溶液的电导率逐渐减小至初始值,并保持基本稳定,可认为示踪剂已全部离开蒸发器系统,停止记录电导率。依次调节进料流量和刮膜器转速,通过记录蒸发器出口的溶液在不同时间的电导率,得出停留时间分布密度函数。所有不同操作条件下的实验均重复 3 次,以确保实验的可重复性及精确度。

2.3 数据分析

根据电脑连续记录的电导率随时间变化的数值,根据方程(1)可得到停留时间分布密度函数 $E(t)$:

$$E(t) = c(t) / \int_0^{\infty} c(t) dt \quad (1)$$

为了比较不同的停留时间分布,由方程(2)得到平均停留时间 t_m ,即数学期望,也就是均值:

$$t_m = \int_0^{\infty} t \cdot E(t) dt \quad (2)$$

式中, t 为时间; $c(t)$ 为示踪剂在不同时刻的浓度。

3 结果与讨论

3.1 平均停留时间

根据方程(2)得到各个操作条件下的平均停留时间 t_m ,实验结果如表 2 所示。

表 2 不同工况下蒸发器内液膜的平均停留时间 s

转速/ ($r \cdot \min^{-1}$)	流量		
	20/($\text{mL} \cdot \min^{-1}$)	30/($\text{mL} \cdot \min^{-1}$)	40/($\text{mL} \cdot \min^{-1}$)
200	184.00	155.90	110.45
300	216.22	161.23	112.35
400	239.37	168.15	114.04

由表 2 可以看出,当刮膜器转速一定的时候,液膜内流体的流量越大,平均停留时间越短。这是因为流量越大,流体在蒸发腔内连续流动的轴向速率越大,且溶液自身重力的作用越明显,所以流体流经

蒸发器的时间变短。同时保持转速不变,则由刮膜器和蒸发器内壁的双向曳力引起的切向速率基本恒定,液膜内的流体流动的合速度包括轴向速度和切向速度,当轴向速度增大而切向速度不变时,其合速度变大,使得流体更快速地从蒸发器出口流出,即流体在蒸发器内的平均停留时间 t_m 减小。

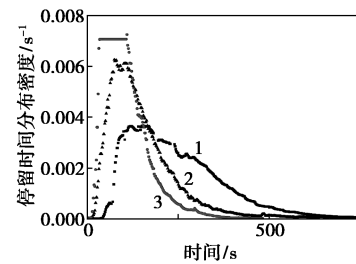
由表2还可以看出,当流量为20 mL/min时,平均停留时间随着转速的增大而增大,当流量为30 mL/min时,平均停留时间的增大趋势减弱,而当流量增加至40 mL/min时,平均停留时间几乎不变。也就是说,当流量较小时,转速对平均停留时间的影响更明显,且转速越大,平均停留时间越大;而当流量较大时,转速影响不明显。这是因为,在较低的流量下,随着刮膜器转速的增大,液膜内流体受到的离心力变大,流体流动的切向速度增大,同时流量保持恒定,可认为流体流动的轴向速度基本不变,因此,流体流动的合速度因切向速度的增大而增大,故平均停留时间变短。然而,在较大的流量下,流体的轴向速度很大,液膜内流体可快速地从蒸发器内流出。此时,虽然刮膜器转速的增大仍然会导致流体切向速度的增大,但其对合速度的影响较弱,流体流经蒸发器的时间大致相同,因此,在较大流量下,转速的增大对蒸发器内液膜的平均停留时间影响不明显。

3.2 进料流量对停留时间分布的影响

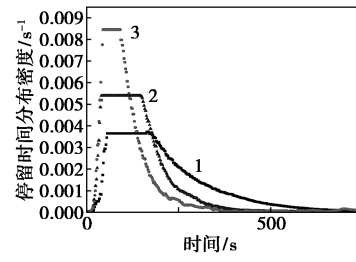
在刮膜器转速依次为200、300、400 r/min下,分别测定流量为20、30、40 mL/min的停留时间分布,实验得到的停留时间分布密度函数如图4所示。

由图4可看出,在任意转速下,随着流量的增大,停留时间曲线均向左移,且停留时间分布密度 $E(t)$ 峰值升高、曲线变窄。这是由于在更大的流量下,液体流速变快,进入蒸发器内的流体会更快流出蒸发器,因此含有电解质溶液的蒸馏水从蒸发器出口流出的时间整体提前,停留时间曲线就会左移。并且,当流经时间缩短时,注入相同体积的电解质溶液在蒸馏水中的扩散减少,导致电解质的浓度较集中,分布密度曲线的峰值就会升高;且浓度分布集中也表示溶液在液膜内的返混减少,使得分布密度曲线变窄。

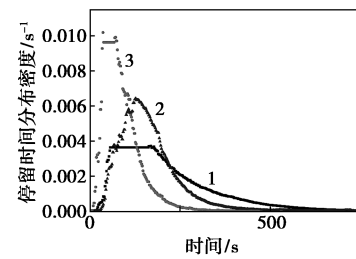
由于刮膜器上方设置凹槽,相当于溢流堰,因此电解质从蒸发器进料口进入后,会首先与凹槽内预留的液体快速混合,在刮膜器的高速转动下,被预留的蒸馏水快速均匀稀释,因此在蒸发器出口处会检测到相同的电导率,即出口处的溶液在一段时间内浓度相同,也就是停留时间分布密度曲线中出现的



(a) 200 r/min



(b) 300 r/min



(c) 400 r/min

流量:1—20 mL/min;2—30 mL/min;3—40 mL/min

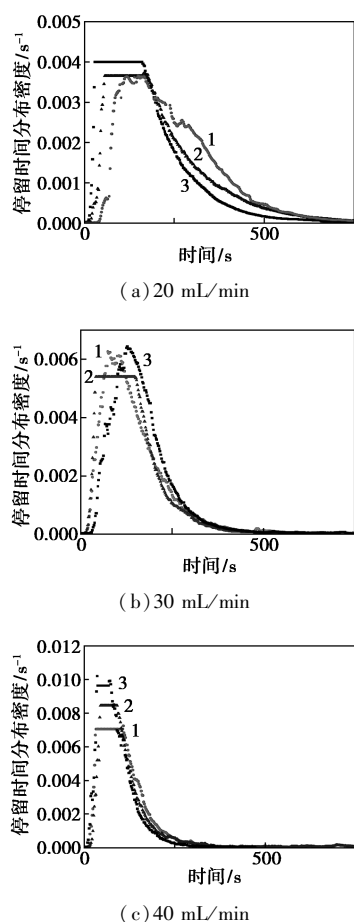
图4 不同流量下的停留时间分布密度

一段平坦峰值。而且,流量越大,表明凹槽内液体更新越快,用于稀释电解质的蒸馏水相对减少,含电解质的溶液可以及时从凹槽内溢出,因此,出现的平坦曲线变短。

3.3 转速对停留时间分布的影响

采用控制变量法,依次控制流量为20、30、40 mL/min,在每个流量下分别调节转速为200、300、400 r/min,测量得到的停留时间分布密度函数如图5所示。

由图5可以看出,在小流量下的停留时间分布密度函数随流量基本不变,而在图5(c)中的大流量下,转速增大,分布密度曲线峰值变高、曲线变窄。这是因为流量较大时,液膜内流体的轴向速率快、更新及时,对于流体流动起主导作用,当转速增大时,凹槽内预留的蒸馏水体积较少,进入蒸发器的电解质溶液被稀释后浓度依然较大,因此浓度的峰值较高,同时稀释液体积较小,会更快流出蒸发器,导致峰值附近曲线变窄。然而本文中设计的刮膜器结构对蒸发器内液体流动的影响较复杂,当形成液膜时,



转速: 1—200 r/min; 2—300 r/min; 3—400 r/min

图 5 不同转速下的停留时间分布密度

可能因高速旋转存在循环流或流速分布不均,或者因安装问题存在滞留区,导致停留时间分布密度曲线较复杂。而本文中主要的研究目的是探究微波辐射在薄膜蒸发过程中的影响,因此分析具有统计意义的平均停留时间,以反映体系受微波辐射的时间,对于影响因素的分析和实验条件的选取具有更大意义。

4 结论

首先依据微波外场影响二元混合物相对挥发度的特性,选取薄膜蒸发作为实现微波强化的分离手段,开发了适用于微波场、可形成连续均匀薄膜的刮膜蒸发器,并采用脉冲示踪实验测量了蒸发器内液膜的停留时间分布,探究了进料流量和刮膜器转速对停留时间的影响。研究表明,在刮膜器转速一定时,进料流量越大,液膜的平均停留时间越短;在小流量下,转速增大,平均停留时间越短,而在较大流量下,转速对平均停留时间的影响不明显。对于高度一定、液膜厚度固定的蒸发器,进料流量增

大,停留时间分布密度曲线均向左移,且分布密度峰值升高、曲线变窄;在蒸发器入口处,由于刮膜器上方凹槽处溢流的存在,会使峰值曲线出现平坦区,即部分液体会迅速混合均匀从而具有相同的浓度;而转速对于停留时间分布密度的影响较弱,尤其是在小流量时。当探究微波辐射对于薄膜蒸发分离的影响时,研究具有统计意义的平均停留时间,即可反映混合物受微波辐射的情况。

参考文献

- [1] Stefanidis G D, Muñoz A N, Sturm G S J, *et al.* A helicopter view of microwave application to chemical processes: Reactions, separations, and equipment concepts[J]. *Reviews in Chemical Engineering*, 2014, 30(3): 233-259.
- [2] Li H, Cui J, Liu J, *et al.* Mechanism of the effects of microwave irradiation on the relative volatility of binary mixtures[J]. *AIChE Journal*, 2017, 63(4): 1328-1337.
- [3] 李洪, 崔俊杰, 李鑫钢, 等. 微波场强化化工分离过程研究进展[J]. *化工进展*, 2016, 35(12): 3735-3745.
- [4] Werth K, Lutze P, Kiss A A, *et al.* A systematic investigation of microwave-assisted reactive distillation: Influence of microwaves on separation and reaction[J]. *Chemical Engineering & Processing*, 2015, 93: 87-97.
- [5] Gao X, Li X, Zhang J, *et al.* Influence of a microwave irradiation field on vapor-liquid equilibrium [J]. *Chemical Engineering Science*, 2013, 90: 213-220.
- [6] 高鑫. 微波强化催化反应精馏过程研究[D]. 天津: 天津大学, 2011.
- [7] Altman E, Stefanidis G D, Van Gerven T, *et al.* Process intensification of reactive distillation for the synthesis of *n*-propyl propionate: The effects of microwave radiation on molecular separation and esterification reaction[J]. *Ind Eng Chem Res*, 2010, 49(21): 10287-10296.
- [8] 王小明. 刮膜式分子蒸馏中流体力学与传质研究[D]. 天津: 天津大学, 2012.
- [9] 金丹, 付海玲, 吴剑华, 等. 混合器停留时间分布的研究进展[J]. *化工进展*, 2011, 30(7): 1399-1405.
- [10] 许松林, 王玲, 郭凯. 刮膜式分子蒸发器上液体的停留时间分布[J]. *天津大学学报*, 2012, 45(1): 70-74.
- [11] 卿培亮. 微波加热管内降膜蒸发过程的传热研究[D]. 成都: 四川大学, 2006.
- [12] 皮丕辉, 杨卓如, 马四朋. 刮膜薄膜蒸发器的特点和应用[J]. *现代化工*, 2001, 21(3): 41-44.
- [13] Sun J, Wang W, Yue Q. Review on microwave-matter interaction fundamentals and efficient microwave-associated heating strategies [J]. *Materials*, 2016, 9(4): 231-255. ■