

激光全息在环己烷/PDMS 体系起泡脱挥 气泡场中的应用*

谢建军¹ 鲁 阳³ 潘勤敏² 潘祖仁²

(¹湘潭大学化学化工学院 湘潭 411105; 浙江大学² 高分子科学与工程研究所, ³力学系 杭州 310027)

提要 在介绍环己烷/PDMS 体系中起泡脱挥气泡场的激光全息图记录与再现的基础上, 对其全息图通过计算机进行了 VPPSA 颗粒分析和数据处理。讨论了液体深度、操作真空度和环己烷初始浓度对数均气泡直径的影响。结果表明, 数均气泡直径随液体高度增加而增加, 随操作真空度和环己烷初始浓度的增加而稍增大。液体深度是其主要影响因素。对测量误差的影响因素进行了讨论。

关键词 起泡脱挥, 全息记录, 全息再现, 图像分析, 气泡, PDMS

记录气泡场的方法很多。普通(高速)摄影法只能记录二维信息——平面像。要从一个平面像来推测一个三维物体的形状往往会发生很大偏差, 特别是气泡在运动过程中经常会发生形变, 测量误差更大。衍射法需满足远场条件, 粒子密度过大时衍射图相互重叠, 使用受到限制。激光多普勒法只能测量粒子运动速度, 且必须有微粒作示踪剂, 测量大面积粒子速度时需多点扫描。光学照相法与激光多普勒法类似, 且只适用于稀溶液, 底片处理费时, 图像判别困难, 难以自动分析。激光粒子成像是光学照相法的发展, 适用于大面积粒子测速, 但只能测得记录区域内粒子平均速度。激光全息技术是利用光的干涉原理将物光波前完整记录, 并能使之再现还原的二次成像技术。它具有极高的时间响应和空间分辨率, 信息量大, 能记录与再现三维空间物体以及非接触式全场测量、无扰动、高精度和高准确性、简便、直观等突出特点。一般需经全息图记录、再现和图像分析三步, 才能完成对研究对象的定量分析。在化工领域内某些方面已成为唯一可行的方法。如在化工流体力学上用来测量流场的三维空间分布参数(如温度和浓度), 高速运动的气泡、液滴、固体颗粒场密度分布及其运动速度和加速度等, 利用双曝光全息法探测高分子材料内部的缺陷, 高分子合成中后处理的脱挥机理, 悬浮及乳液聚合过程中悬浮或乳胶粒子的三维空间分布及结晶动力学, 搅拌槽内气泡或液滴等流场的测量, 高分子材料加工中注塑成型研究和应力场测定等。激光全息技术与干涉计量相结合而形成的全息干涉计量术已在许多领域内得到广泛的应用。例如, 苗容生等通过激光全息术研究了运动气泡界面湍动流场结构^[1], 后来又对运动气泡界面浓度场及其传质特性进行了考察^[2]。罗耀明等^[3]则对液液传质界面现象进行了实时全息研究。Chen 等^[4]利用激光全息术观察了气液两相鼓泡塔和气液固三相流化床中流场动态特性如流场、流区划分和流动结构等。陈剑霞^[5]利用激光全息术

* 国家自然科学基金、国家教委基金资助项目。

收稿日期: 1998-08-10; 收到修改稿日期: 1998-09-21

研究了羧甲基纤维素(CMC),聚丙烯酰胺(PAA)溶液中气泡核化及其速率、气泡运动速度和气泡生长、形变、合并等物理现象。Deason 等观察了气泡核化相变过程的三维图像,获得了各流区中气泡形状和分布的全息照片^[6]。Hentschel 等使用离轴全息记录了 10~ 20 μm 核化气泡尺寸及其分布^[6]。作者使用同样方法记录了环己烷/聚二甲基硅氧烷(PDMS)溶液中气泡场全息图^[7]。文献[8]对激光全息术在化工中的应用作了系统综述。然而,纵观文献,利用激光全息术对化工中气泡场的研究结果大多还是定性的,将激光全息技术应用于聚合物系起泡脱挥中气泡场并进行量化研究,尚未见报道。

本文的目的是在介绍全息图记录与再现的基础上,采用 VPPSA 颗粒分析系统对环己烷/PDMS 体系起泡脱挥中核化气泡场再现实像通过摄像机摄取存入计算机,获得图像后再进行数据处理,以便分析各操作条件对核化气泡尺寸的影响。

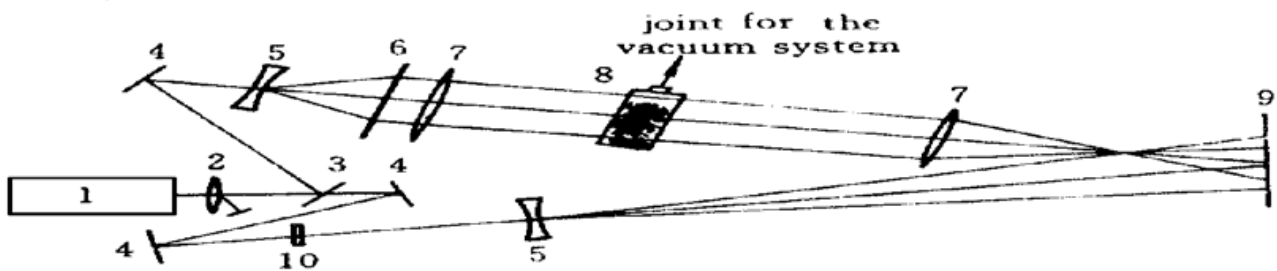


图 1 激光全息图记录光路

1: 氦氖激光器; 2: 快门; 3: 分光镜; 4: 反射镜; 5: 扩束镜; 6: 散射屏; 7: 透镜; 8: 实验池; 9: 干版; 10: 针孔

Fig. 1 Schematic diagram of the off-axis lens-assisted holographic arrangement

1: He-Ne laser; 2: shutter; 3: beam splitter; 4: mirror; 5: expander;
6: diffuser; 7: lens; 8: the experimental cell; 9: holographic film; 10: filter

1 实 验

1.1 气泡场的全息记录

按图 1 布置好光路系统,与真空操作系统连接,并按全息图记录的光路设计要求^[8]仔细地调节参物光光强比、光程差和参物光两光束的夹角。同时,按预先要求准确地配制一定环己烷初始浓度(wt-%)的环己烷/PDMS 溶液,并装入实验池中,然后放到光路系统中物体位置处,启动真空系统,调节到所需真空度。将预先准备好的干版安装在全息干版夹上,静置约 30 s,待整个全息记录系统和周围环境稳定后曝光。最后,按全息图像显影、定影等后处理操作^[8]及时进行后处理,得到所需操作条件下的全息图。经再现后用 VPPSA 颗粒分析系统进行分析,得到气泡场数据。数据分析时,采用直接标定法^[8]进行标定。气泡场激

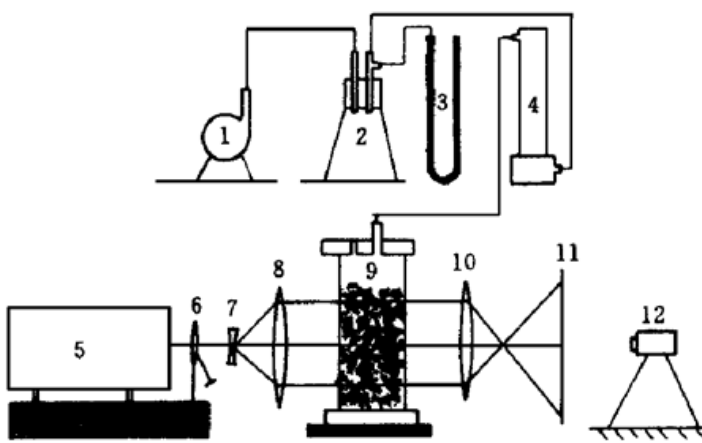


图 2 实验装置流程

1: 真空泵; 2: 干燥器; 3: U 形压差计; 4: 缓冲罐; 5: 氦氖激光器;
6: 快门; 7: 扩束镜; 8, 10: 透镜; 9: 实验池; 11: 散射屏; 12: 照相机

Fig. 2 The flow diagram of the experimental setup

1: vacuum pump; 2: desiccator; 3: U-tube gauge; 4: buffer vessel; 5: He-Ne laser; 6: shutter; 7: expander; 8, 10: lens; 9: the experimental cell; 11: the scattered screen; 12: camera

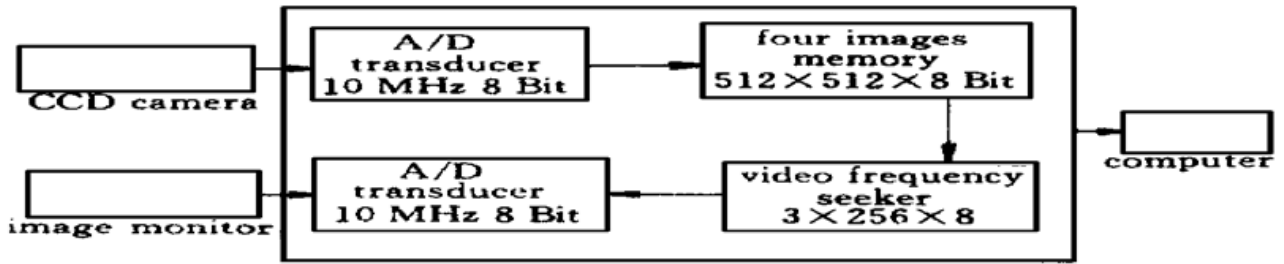


图 3 图像处理系统构成示意框图

Fig. 3 Block diagram of the image processing system

光全息研究的实验装置流程如图 2 所示。

1.2 VPPSA 颗粒分析系统

VPPSA 颗粒形状分析系统^[8,9]由摄像系统、粒子图像显示的监视系统和图像采集与分析测量数据的读取装置等基本结构组成。系统构成框图见图 3。整个系统由 VPPSA 图像卡进行监控。图像卡结构与计算机显示卡结构基本相似,是一集成电路板。

VPPSA 颗粒形状分析系统软件是采用功能模块式菜单,包括如下功能模块:图像采集/冻结、图像存取、图像预处理、颗粒分割、颗粒测量、工作台驱动、尺寸标定、系数预设、基本参数、分类参数、样本分布和实用程序等。数据处理的流程如图 4。

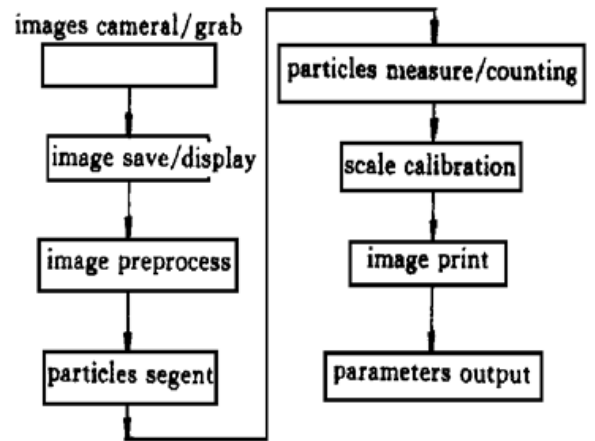


图 4 数据处理过程示意图

Fig. 4 Block diagram of the data processing process

2 结果与讨论

2.1 平均气泡直径

利用图 2 和 VPPSA 颗粒分析系统进行数据处理,通过标定,即可得到各种操作条件下的激光全息图再现处理后物体的实际尺寸。气泡尺寸有多种表示^[10-12]。我们采用分析区域内所有气泡的数均直径和 Sauter 平均直径表示

$$\text{数均气泡直径} \quad d_{bm} = \frac{\sum n_i d_{bi}}{\sum n_i} \tag{1}$$

$$\text{Sauter 平均气泡直径} \quad d_{b,32} = \frac{\sum n_i d_{bi}^3}{\sum n_i d_{bi}^2} \tag{2}$$

由于 Sauter 平均直径与数均直径具有相同的变化规律,故主要就数均气泡直径进行讨论。

图 5 给出一定真空度和环己烷初始浓度下普通摄影法与激光全息法获得的数均气泡直径和 Sauter 平均气泡直径随实验装置中液体高度的变化。由图可知, Sauter 平均直径和数均直径随液体高度增加而增加,且 Sauter 平均直径明显大于数均直径。在相同操作条件下,不同时刻记录的全息图再现后 VPPSA 颗粒分析系统数据处理结果基本上具有相同的气泡尺寸,最大误差为 15.1%。这说明 VPPSA 颗粒分析系统数据处理基本上是可可靠的。

2.2 液体高度的影响

数均气泡直径随液体高度增加而增大(如图 6)。这表明气泡在上升过程中不断长大。Hirth 等^[13]认为,在传质区内气泡生长受蒸发和冷凝所控制。当过饱和度 s 为常数时,气泡生长速率

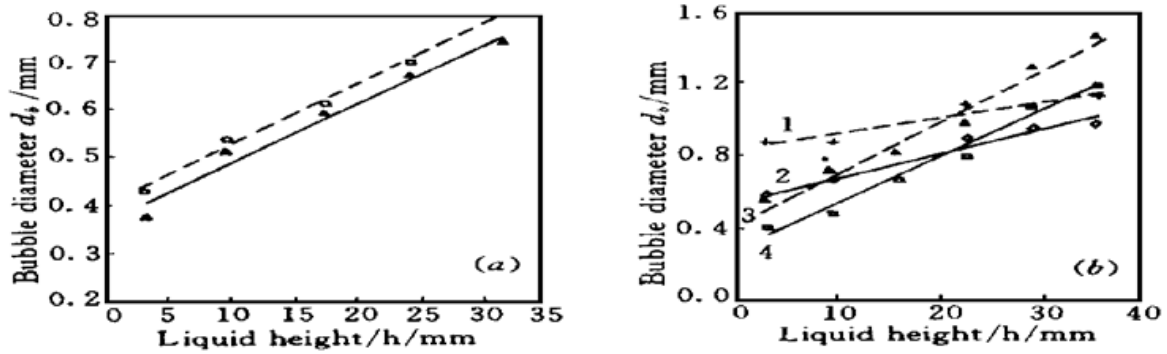


图 5

(a) 普通摄影法的核化气泡尺寸随液体高度的变化 ($t = 44$ s), $P = 6.5 \times 10^5$ Pa, $w_{t1} = 13.22\%$; (b) 激光全息法记录的核化气泡尺寸随液体高度的变化, $w_{t1} = 15.70\%$, P : 1, 2: 5.4×10^5 Pa; 3, 4: 4.7×10^5 Pa。——Sauter 平均气泡直径, ——数均气泡直径

Fig. 5

(a) Nucleating bubble diameter vs liquid height for general photographic photos ($t = 44$ s). $w_{t1} = 13.22\%$, $P = 6.5 \times 10^5$ Pa; (b) Nucleating bubble diameter vs liquid height for laser holographic record photos. $w_{t1} = 15.70\%$, P : 1, 2: 5.4×10^5 Pa; 3, 4: 4.7×10^5 Pa. ——Sauter-average bubble diameter, ——Number-average bubble diameter

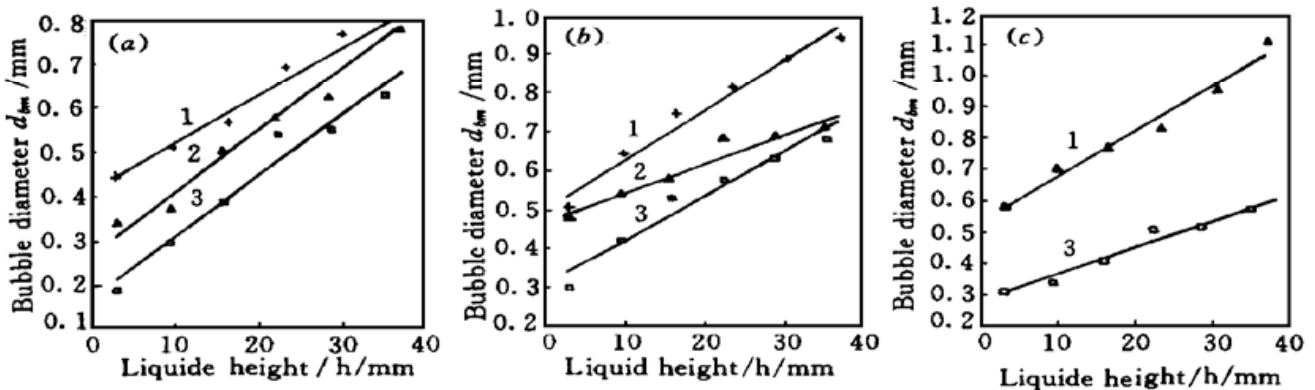


图 6 不同操作真空度下数均气泡直径随液体高度的变化

Fig. 6 Number-average bubble diameter vs liquid height at different vacuums

$w_{t1}/\%$: 1—24.38, 2—15.70, 3—8.59; P : (a) 1.9×10^5 Pa, (b) 3.8×10^5 Pa, (c) 5.3×10^5 Pa

为常数。当 $s \leq p_e$ 且 $r(0) \cong 0$ 时, 气泡半径可表示为

$$r(t) = (k_B s^2 T / 2\pi m p_e^2)^{1/2} t \tag{3}$$

在传质区内, 当气泡生长为扩散控制, 过饱和度为常数, 且 $s \leq p_e$ 及

$$\frac{dr}{dt} = \frac{DK_s k_B T}{r p_e} \tag{4}$$

时, 则有

$$r(t) = (2DK_s k_B T / p_e)^{1/2} t^{1/2} \tag{5}$$

式中 $K_s = \rho / H_w M$ 。同理可得过饱和度以一很小的恒定速度 c 增加时气泡半径计算式(只需将 $s(t) = p_e - p = ct$ 代入相应公式即可)。从式(3), (5) 可知, 液体高度增加, 气泡外压力 p 减小, 过饱和度 s 增加, 则气泡半径增大。

2.3 真空度的影响

在一定液体高度和环己烷初始浓度下, 数均气泡直径随操作真空度增加而稍有增大, 如图 7 所示。在一定环己烷初始浓度下, 某时刻记录的全息图再现像内全场气泡的数均气泡直径也

有类似的关系。从式(3),(5)可知,真空度增加亦将导致气泡外压力 p 减小,从而使气泡长大。

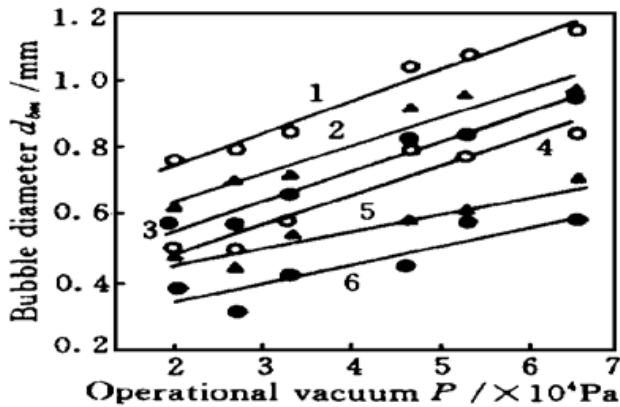


图7 不同液体高度下数均气泡直径随操作真空度的变化

Fig. 7 Number-average bubble diameter vs operating vacuum at different liquid heights
wt₁ = 24.38%, h /mm: 1—36.7, 2—30.0, 3—23.3, 4—16.7, 5—10.0, 6—3.33

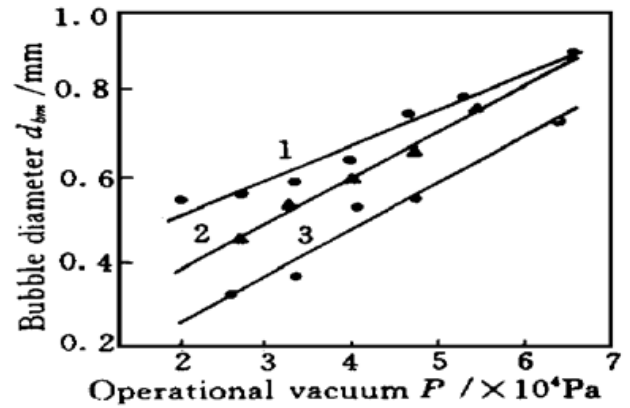


图8 整个气泡场内数均气泡直径随操作真空度的变化

Fig. 8 Number-average bubble diameter vs operating vacuum in total object space
wt₁/%: 1—24.38, 2—15.70, 3—8.59

2.4 环己烷初始浓度的影响

由图8可明显看出,环己烷初始浓度高时,数均气泡直径也大,但有时浓度的影响特别是在高浓度时可忽略。

2.5 讨论

采用激光全息技术与VPPSA颗粒分析系统进行颗粒场(气泡)密度测定时,影响测量误差的因素主要是景深、放大倍数和灰度阈值的确定。在实验装置设计时,景深仅作为一个关键因素给予了考虑。放大倍数的影响主要通过一已知尺寸粒子来进行标定。因此,影响测量误差的因素主要是灰度阈值的选择。在具体处理过程中,几经反复处理,对照所测气泡尺寸的大小,使两或三次测量的气泡尺寸几乎相同后,再选择一较好的灰度阈值进行测量而得到所需气泡尺寸,以便使测量结果误差最小。

参 考 文 献

- 1 Miao Rongsheng, Wang Shuying, Yu Guocong *et al.*. Micro behavior and hydrodynamic structure near interface of a moving turbulent bubble by laser technique. *J. Chem. Ind. Eng.* (化工学报), 1992, **43** (5): 570~ 576 (in Chinese)
- 2 Miao Rongsheng, Wang Shuying, Yu Guocong *et al.*. Concentration fields and mass transfer behavior near a moving bubble interface by laser technique. *J. Chem. Ind. Eng.* (化工学报), 1992, **43**(5): 635 ~ 639 (in Chinese)
- 3 Luo Yaoming, Zhang Qiuxiang, Chen Xiaoxiang. Holographic real-time of interfacial turbulence phenomena during liquid-liquid mass transfer. *J. Chem. Eng. Chinese Univ.* (高校化学工程学报), 1995, **9**(2): 149~ 154 (in Chinese)
- 4 R. C. Chen, J. Reese, L.-S. Fan. Flow structure in a three-dimensional bubble column and three-phase fluidized bed. *AIChE J.*, 1994, **40**(7): 1093~ 1104
- 5 Chen Jianxia. Fundamental study of polymer devolatilization system. M. S. Thesis. Hangzhou: Zhejiang Univ., 1992. 96~ 98 (in Chinese)
- 6 Y. J. Lee, J. H. Kim. A review of holography applications in multiphase flow visualization study. *ASME J. Fluid Eng.*, 1986, **108**: 279~ 288
- 7 Lu Yang, Xie Jianjun, Pan Qinmin *et al.*. The study of dynamic bubble characteristics for foam-

- devolatilization in PDMS/cyclohexane—the holographic record and reconstruction. *J. Chem. Eng. Chinese Univ.* (高校化学工程学报), 1998, (1): 96~ 98 (in Chinese)
- 8 Xie Jianjun. Fundamental study on foam-devolatilization in polymer systems. Ph. D. Thesis. Hangzhou: Zhejiang Univ., 1997. 1~ 148
- 9 Daheng Company of China Academic Sinica. VPPSA Particle Shape Analysis System. 1~ 56 (in Chinese)
- 10 Tan Tian'an, Mai Benxi, Ding Huihua. The Principle of Chemical Engineering (The First Book). Beijing: Chemical Engineering and Industry Press, The Second. 1990, Chapt. 3, 124~ 127 (in Chinese)
- 11 E. G. Chatzi, C. Kiparissides. Steady-state drop-size distributions in high holdup fraction dispersion systems. *AIChE J.*, 1995, **41**(7): 1640~ 1652
- 12 R. Parthasarathy, N. Ahmed. Bubble size distribution in a gas sparged vessel agitated by a rushton turbine. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 1994, **33**(3): 703~ 711
- 13 D. Kashchiev, A. Firoozabadi. Kinetics of the initial stage of isothermal gas phase formation. *J. Chem. Phys.*, 1993, **98**(6): 4690~ 4699

Holography Application in Characterization of Dynamic Bubbles of Foam-DV in Cyclohexane/PDMS

Xie Jianjun

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Xiangtan University, Xiangtan 411105)

Lu Yang Pan Qinmin Pan Zuren

(Institute of Polymer Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027)

Abstract On the basis of introduction to the hologram record and reconstruction, the analysis of particle hologram is carried out for the bubble fields of foam-devolatilization (foam-DV) in cyclohexane/PDMS system. The effects of the operating vacuum, the initial cyclohexane concentration and the liquid height on the number-average bubble sizes are discussed emphatically. The results show that the number-average bubble sizes increase linearly with increasing liquid height, the operating vacuum and the initial cyclohexane concentration, but the liquid height is a key factor. The factors affecting the measurement error are also discussed.

Key words foam-DV, holography, holographic reconstruction, image analysis, bubble, PDMS

附录 符号说明

c	过饱和度常数	m	气泡质量, g
D	扩散系数, cm^2/s	n_i	气泡个数
d_{bm}	数均气泡直径(当量值), mm	p_e	饱和蒸气压, $\times 133 \text{ Pa}$
$d_{b,32}$	Sauter 平均气泡直径, mm	p	操作真空度, $\times 133 \text{ Pa}$
d_{bi}	第 i 个气泡的当量直径, mm	$r, r(t)$	气泡半径, mm
H_w	亨利系数	s	过饱和度, $\times 133 \text{ Pa}$
h	液体高度, mm	T	绝对温度, K
K_s	溶解度系数	t	气泡生长时间, s
k_B	Boltzman 常数	w_{t1}	环己烷初始浓度(wt-%)
M	挥发性气体分子量	ρ	密度, g/cm^3