

DOI:10.11784/tdxbz202503020

超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯脱灰分工艺参数优化

刘丽艳^{1,2}, 李毅洋¹, 高子珺¹, 吕晓莹³

(1. 天津大学化工学院, 天津 300350; 2. 天津市化工安全与装备技术重点实验室, 天津 300350;

3. 中石化石油化工研究院(泉州)有限责任公司, 泉州 362100)

摘要: 在电池隔膜材料、电容器膜料等介电材料领域的高端市场中, 对灰分含量在 50×10^{-6} 以下的低灰分聚丙烯的需求强劲。这些高端应用领域对聚丙烯的纯度、电绝缘性能以及化学稳定性提出了极高的要求, 而灰分的存在会显著降低材料的介电性能和机械性能, 限制其在高端领域的应用。因此, 如何高效率脱除聚丙烯颗粒的灰分, 拓展其在高要求、高标准的新兴行业中的应用, 具有重要的科学意义和工业价值。本文针对已有的“正己烷+异丙醇”复合溶剂脱灰分工艺传质效率低的问题, 引入超声强化促进传质, 获得优化的工艺参数揭示超声强化机理。采用自主设计的正八棱柱超声反应器, 系统研究了超声换能器数量及排布方式、复合溶剂液位高度、复合溶剂组分配比、液固比例及超声处理时间等工艺参数对聚丙烯洗涤脱灰分效果的影响规律。结果表明, 在换能器个数为 4、复合溶剂液位高度为 80 mm、复合溶剂正己烷和异丙醇体积比为 21:4、复合溶剂与聚丙烯颗粒液固比例为 10 mL:1 g 以及超声处理时间为 30 min 的优化工艺参数条件下, 聚丙烯颗粒的灰分含量降低至 50×10^{-6} 以下。通过正交分析, 获得了各参数对聚丙烯洗涤脱灰分结果的影响顺序从大到小依次为: 超声处理时间, 复合溶剂组分配比, 复合溶剂液位高度, 液固比例。本文通过测量洗涤前后的聚丙烯颗粒粒度分布, 揭示了超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯脱灰分的作用机理: 空化效应产生的微射流使固体颗粒破碎, 破坏颗粒表面的致密结构, 辅助复合溶剂更好地进入颗粒内部达到洗涤脱灰的效果。相关结果能为超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯脱灰分技术及装备开发提供指导。

关键词: 超声强化; 聚丙烯脱灰分; 复合溶剂洗涤; 正八棱柱超声反应器

中图分类号: TQ325.1; TB559

文献标志码: A

文章编号: 0493-2137(2026)01-0017-08

Optimization of Process Parameters for Ultrasound-Enhanced Composite Solvent Washing in Polypropylene Ash Removal

Liu Liyan^{1,2}, Li Yiyang¹, Gao Zijun¹, Lü Xiaoying³

(1. School of Chemical Engineering and Technology, Tianjin University, Tianjin 300350, China;

2. Tianjin Key Laboratory of Chemical Safety and Equipment Technology, Tianjin 300350, China;

3. Sinochem Petrochemical Research Institute (Quanzhou) Co., Ltd., Quanzhou 362100, China)

Abstract: In high-end markets for dielectric materials, such as battery separator films and capacitor membranes, there is a growing demand for low-ash polypropylene with an ash content below 50×10^{-6} . These premium applications require exceptional purity, electrical insulation, and chemical stability of polypropylene. Residual ash significantly impairs the dielectric and mechanical properties of the material, limiting its use in advanced applications. Therefore, developing efficient ash removal methods for polypropylene particles is critical to expanding their applications in emerging industries with stringent requirements, offering substantial scientific and industrial value. To address these limitations, this study integrated an “n-hexane + isopropanol” composite solvent ash removal system with ultrasound-enhanced technology to improve efficiency. Using a self-designed octagonal prism ultrasonic reactor, this study systematically investigated the influence of various process parameters on ash removal efficiency during poly-

收稿日期: 2025-03-11; 修回日期: 2025-04-16.

作者简介: 刘丽艳 (1977—), 女, 博士, 教授.

通信作者: 刘丽艳, liuliyan@tju.edu.cn.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (22178250).

Supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 22178250).

propylene washing, including the number and arrangement of ultrasonic transducers, composite solvent liquid level height, solvent composition ratio, liquid-to-solid ratio, and ultrasonic treatment duration. The experimental results showed that, under optimized conditions, i.e., four transducers, 80 mm composite solvent liquid level height, 21 : 4 volume ratio of n-hexane to isopropanol, 10 mL : 1 g liquid-to-solid ratio, and 30 min ultrasonic treatment duration, the ash content in polypropylene particles could be reduced to less than 50×10^{-6} . Orthogonal analysis revealed the following decreasing order of parameter influence on ash removal effectiveness, i.e., ultrasonic treatment duration, solvent composition ratio, composite solvent liquid level height and liquid-to-solid ratio. Particle size distribution measurements before and after washing polypropylene particles clarified the ultrasound-enhanced mechanism: cavitation-induced micro-jets crush the granules and disrupt their dense surface layer, facilitating deeper penetration of the mixed solvent and thus more effective ash removal. These findings provide valuable guidance for the development of ultrasound-enhanced composite solvent washing technologies and equipment for polypropylene ash removal.

Keywords: ultrasound enhancement; polypropylene ash removal; composite solvent washing; octagonal prism ultrasonic reactor

聚丙烯(polypropylene, PP)是一种重要的热塑性树脂,因其优良的机械性能、化学稳定性和耐热性而广泛应用于包装、汽车、电子、电气以及建筑等多个领域。作为全球消费量第二大的塑料材料,聚丙烯在塑料行业中占据着举足轻重的位置。

在聚丙烯产品生产过程中,原料和催化剂及加工过程中都可能产生灰分,并且这些灰分可能被聚丙烯包裹进入颗粒内部,大幅降低聚丙烯材料的性能,不能满足电池隔膜材料、电容器膜料等介电材料领域的高端市场要求。

传统降低聚丙烯灰分方法大多是通过提高原材料纯度,改善工艺流程,提高催化剂活性进而减少催化剂的使用以及在生产过程中增加洗涤脱灰工艺等方法。相较上述几种方法,洗涤脱灰法可以充分利用现有的 PP 生产工艺设备,且无需对设备进行大幅度改动,可容纳大多数聚丙烯粉料的处理,具有普适性。洗涤脱灰法由于其在生产高纯度聚丙烯时所具有的独特优势而得到广泛利用。

北欧化工的 Borealis Polymers NV 工厂通过拥有 5 个串联的反应釜装置制作并洗涤聚丙烯。反应结束后聚合物浆液在洗涤单元中经过水洗后进入分离器,大部分催化剂、助催化剂残留在水相废液中分离而除去^[1]。美国普瑞曼公司公开了一种采用“洗涤剂+添加剂”的洗涤方式,洗涤剂主要采用烷烃类溶剂,而添加剂主要为环氧丙烷等极性有机化合物,经过洗涤处理之后,聚丙烯灰分含量在 $30 \mu\text{g/g}$ 左右^[2]。齐迎昊等^[3]研究利用“正己烷-乙醇-乙酰丙酮”多组分混合脱除剂在一定温度下搅拌产品数小时,使得聚丙烯粉料的灰分含量降至 40×10^{-6} 以下;又利用“正己烷-异丙醇”混合体系脱除剂在加热条件下对产品进行洗涤,聚丙烯灰分含量进一步降低,达到了 80% 左右

的脱除率。但常见的洗涤脱灰在工艺流程上大多需要在较高温度下,洗涤搅拌时间达到七八个小时,才能满足工业上对聚丙烯较低灰分含量要求。

近年来,超声在强化固液传质的应用越来越广泛,超声波频率范围在 20 kHz 至 10 MHz 之间^[4],具有高频、短波长、强传播定向性、集中的反射能力和大功率的特性。超声场作用下液体中会产生微小气泡的动态振荡、膨胀、收缩和崩溃,引起局部高温高压过程的空化效应,为一般条件下难以实现的化学反应提供极端条件,同时为促进化学反应提供了通道和空间^[5]。张欢等^[6]通过在臭氧传质中引入超声,使氧化降解苯二甲酸二丁酯的过程更为高效,去除率可达 54.71%。孙杰^[7]在水热合成 NaP 分子筛中,通过超声强化传质,生成了结晶度高、粒径尺寸均一、孔径分布较为均匀的分子筛,且合成时间大大降低。

Choi 等^[8]研究了不同固液比的玻璃珠组成的非均相体系的量热能和声致发光性能,以获得超声反应器中的能量分布和空化活性。Ran 等^[9]研究了超声波在褐煤脱灰中的应用,以空化强度、试剂浓度、超声时间、煤粒度和煤浓度为关键参数,研究了上述因素对超声波辅助褐煤脱灰的影响,得到了最佳处理工艺参数。余满林等^[10]研究发现在超声洗涤中起主要作用的是超声波在介质中传播时所引起声压变化、粒子振动等超声机械效应和空化效应。

添加固体颗粒可以有效增强空化效果,固体颗粒粗糙表面夹带的气体为空化泡提供成核位点,降低空化阈值,提高空化强度。超声环境的液面处反射波和入射波在叠加后形成驻波现象改变声场分布,并且也会影响换能器的输出功率^[11]。此外换能器的数量以及排布也会影响超声空化效果。反应器底部排布的同种换能器数量越多,空化效果越好,且换能器的均匀

分布更优于单列分布^[12]。应用不同种类换能器会产生不同频率的声波,形成的声场会发生明显变化,岳晨曦等^[13]研究了负载液体声场分布与超声波换能器振动性能间的关系,得到超声振动对处理液体中声压级分布图、声强度大小、换能器输出振幅与电流频率的响应关系,并通过实验验证。

本文以聚丙烯为研究对象,引入超声强化正己烷-异丙醇复合溶剂洗涤聚丙烯脱灰分,应用自主设计的正八棱柱超声反应器,研究超声换能器数量及排布方式、复合溶剂液位高度、复合溶剂组分配比、液固比例及超声处理时间等工艺参数对聚丙烯洗涤脱灰分效果的影响规律,以期获得优化的工艺参数。在此基础上,通过正交分析获得了各参数对聚丙烯洗涤脱灰分结果的影响顺序,并揭示超声强化作用机理,为聚丙烯洗涤脱除灰分相关工艺和装备开发提供指导。

1 实验

1.1 实验原料及装置

聚丙烯颗粒如图 1 所示,初始灰分含量 101×10^{-6} 。正己烷,分析纯,天津市杰尔正化工贸易有限公司;异丙醇,分析纯,天津市津东正天精细化学试剂厂。

正八棱柱超声反应器尺寸及换能器布置方式示

意如图 2 所示。



图 1 聚丙烯颗粒

Fig.1 Polypropylene particles

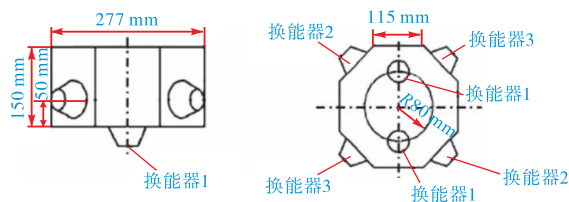


图 2 正八棱柱超声反应器尺寸及换能器布置示意

Fig.2 Octagonal prism ultrasonic reactor size and transducer layout diagram

实验所用正八棱柱超声反应器的 3 对换能器 1、2、3 的频率分别为 20 kHz、20 kHz 和 40 kHz,其主要技术参数见表 1。该反应器可以实现多频换能器的协同布局,促进声波叠加,减少驻波死角,增强空化强度,进而有效加强聚丙烯的脱灰效果。

表 1 正八棱柱超声反应器技术参数

Tab.1 Technical parameters of the octagonal prism ultrasonic reactor

型号	槽体形状	槽体边长/mm	换能器个数	超声功率/W	工作电源/Hz	工作电压/V
BK-1006	八棱柱	115	6	100	50 (AC)	200 ± 10

1.2 实验方法

根据不同洗涤条件对聚丙烯颗粒脱灰效果的影响,采用控制变量法设置实验。首先量取异丙醇与正己烷加入正八棱柱超声反应器内,再加入一定量聚丙烯颗粒;接通电源,打开正八棱柱超声反应器壁面的 4 个换能器,控制超声处理时间;洗涤操作结束后,加压过滤实现固液分离,将分离后的固相放入烘箱中烘干。然后依据标准 GB/T 9345.1—2008^[14]计算灰分脱除率。

灰分脱除率具体计算方法如下:称取一定质量洗涤后的聚丙烯颗粒记作 m_1 ,将这些聚丙烯颗粒样品分批次放入质量为 m_2 的坩埚,置入马弗炉中煅烧至恒重 m_3 。灰分脱除率 η 计算式为

$$\eta = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad (1)$$

2 超声强化复合溶剂洗涤参数研究

在超声场中只有交变声压幅值超过液体的临界声压幅值即空化阈后才能产生空化。超声空化性能受到液相反应性质、声场参数、超声反应器结构以及外界环境条件等因素影响。本节从超声换能器数量及排布方式、复合溶剂液位高度、复合溶剂组分配比、液固比例及超声处理时间等工艺参数角度研究优化的超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯脱灰分工艺参数对灰分脱除效果的影响规律。

2.1 换能器数量及排布

在复合溶剂液位高度为 80 mm、复合溶剂正己烷和异丙醇体积比为 21:4、复合溶剂与聚丙烯颗粒的液固比例为 10 mL:1 g、超声处理时间为 30 min 的条件下,考察换能器数量及排布方式对超声强化复合

溶剂洗涤聚丙烯脱灰分结果的影响规律. 第 1 组为单开换能器 2 (壁面 20 kHz)、第 2 组为同时开换能器 2 + 换能器 3 (壁面 20 kHz + 壁面 40 kHz)、第 3 组为同时开换能器 1 + 换能器 2 + 换能器 3 (底面 20 kHz + 壁面 20 kHz + 壁面 40 kHz) 的 3 组工况下, 灰分脱除结果如图 3 所示.

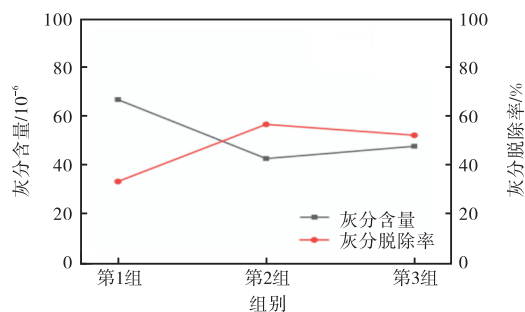


图 3 换能器数量及排布方式对灰分脱除率的影响

Fig.3 Effects of transducer number and arrangement mode on the ash removal rate

在第 2 组和第 3 组换能器排布条件下获得的聚丙烯颗粒脱灰分效果相差不大, 第 2 组仅打开反应器侧壁 4 个换能器的清洗效果更佳, 表明换能器壁面布置的声场空化效果优于底面与壁面共同布置的情形. 应用本文所设计的正八棱柱超声反应器单开布置于反应器壁面的 4 个换能器进行聚丙烯颗粒的灰分脱除效果优于 6 个换能器全开的效果, 且能有效降低能耗, 提高产品清洗效率. 而第 1 组换能器排布条件仅开启 2 个换能器, 灰分脱除率只有 33.66%, 与开启 4 个和 6 个换能器的实验结果相差较远.

2.2 复合溶剂液位高度

在复合溶剂中正己烷与异丙醇体积比为 21 : 4、复合溶剂与聚丙烯颗粒的液固比例为 10 mL : 1 g、超声处理时间为 30 min、换能器个数为 4 的条件下, 研究不同复合溶剂液位高度即 40 mm、60 mm 和 80 mm 对聚丙烯颗粒灰分脱除率的影响, 结果如图 4 所示.

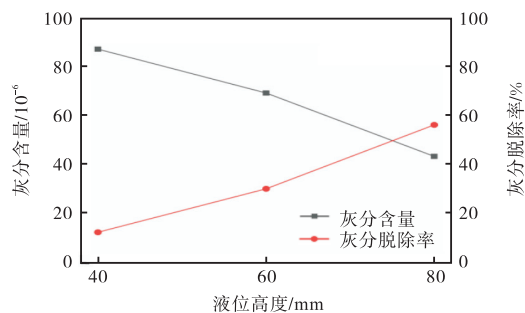


图 4 液位高度对灰分脱除率的影响

Fig.4 Effect of liquid level height on the ash removal rate

由图 4 可知, 3 种实验条件下获得的聚丙烯颗粒

脱灰率的实验结果相差较大, 当复合溶剂液位高度为 80 mm 时, 聚丙烯颗粒的灰分脱除率最高, 为 56.93%. 由图 5 可见, 明显在液位高度低于 60 mm 时, 液体并未完全覆盖换能器, 对换能器的利用率较低, 而 80 mm 更能接近于声场的谐振液位, 利于超声空化场的形成, 进而影响了灰分脱除效果.

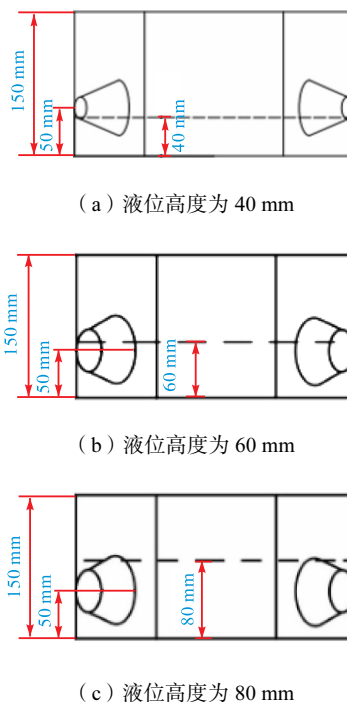


图 5 不同液位高度相对壁面换能器的位置

Fig.5 Positions of different liquid level heights relative to wall transducers

2.3 复合溶剂组分配比

根据“相似相溶”规律, 复合溶剂的混合溶度参数与聚丙烯的溶度参数越接近, 溶胀效果越佳, 能达到更好的洗涤效果, 对聚丙烯颗粒的灰分脱除率越高. 叶新新等^[15]发现当正己烷与异丙醇的体积比为 21 : 4 时, 聚丙烯颗粒的灰分脱除效果最好, 并计算该复合溶剂的溶度参数与聚丙烯的溶度参数接近, 溶胀效果更强.

考虑复合溶剂洗涤过程中正己烷的作用为使聚丙烯颗粒溶胀、异丙醇脱灰, 本文探讨超声是否可以部分替代正己烷作用, 因而调整了复合溶剂中正己烷用量, 设置了正己烷与异丙醇体积比为 21 : 4、7 : 3 和 4 : 1 的 3 组实验, 结果如图 6 所示.

由图 6 可知, 正己烷与异丙醇体积比为 7 : 3 和 4 : 1 条件下聚丙烯颗粒的灰分脱除率分别为 17.82% 和 27.72%, 相对体积比为 21 : 4 条件下的灰分脱除率过低. 故在本实验范围内, 超声空化并不能代替正己烷对聚丙烯颗粒的溶胀作用.

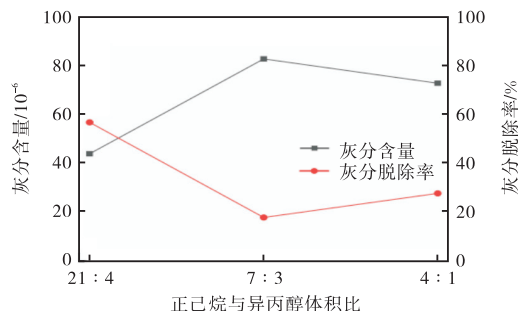


图 6 复合溶剂组分配比对灰分脱除率的影响

Fig.6 Effect of solvent composition ratio on the ash removal rate

2.4 液固比例

根据超声化学理论研究,添加固体颗粒能增强空化效果.在固液体系内,固体颗粒自身存在裂缝或表面凹陷容易夹带气体,并且其粗糙的表面可以为空化泡的产生提供起核位,从而增加有效空泡数量,提高空化发生率^[16],并能改善空化场分布的均匀性,显著提高声化学产率^[17].

Liu 等^[18]发现固体颗粒的加入可以降低非均相空化阈值.其他学者也采用不同固体颗粒增强超声空化效应.虽然添加的少量固体颗粒能显著提高空化强度,改善空化场分布均匀性,但是过量固体颗粒会阻碍声波吸收,造成声强度大幅度衰减,进而抑制空化效应^[19].

设置正八棱柱超声反应器的换能器个数为 4,分别布置于壁面,待洗涤聚丙烯颗粒质量 500 g、复合溶剂正己烷与异丙醇体积比为 21 : 4、液位高度为 80 mm、超声处理时间为 30 min 时,不同液固比例对聚丙烯颗粒灰分脱除率的影响结果如图 7 所示.

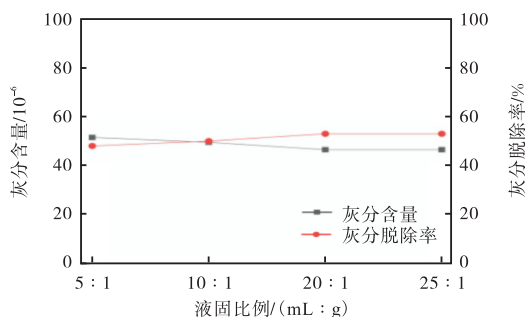


图 7 液固比例对灰分脱除率的影响

Fig.7 Effect of liquid-to-solid ratio on the ash removal rate

由图 7 可见,聚丙烯颗粒灰分脱除率随液固比例增大而增大,但增幅不显著.据此,笔者认为当液固比例为 5 mL : 1 g 时,溶剂较少,存在固体颗粒未完全浸润、洗涤的可能性,且过量的固体颗粒沉积会阻碍声波传递,抑制空化作用,适当地减少固体颗粒后,灰分脱除率增加.栾振威^[20]研究发现适量的固体

颗粒可以有效提高空化强度,改善空化场均匀性.因而综合考虑灰分脱除率和实验环保,液固比例为 10 mL : 1 g 为最佳.

2.5 超声处理时间

在换能器个数为 4、液位高度为 80 mm、复合溶剂正己烷与异丙醇体积比为 21 : 4、复合溶剂与聚丙烯颗粒的液固比例为 10 mL : 1 g 的条件下,考察超声处理时间对洗涤脱灰效果的影响,结果如图 8 所示.

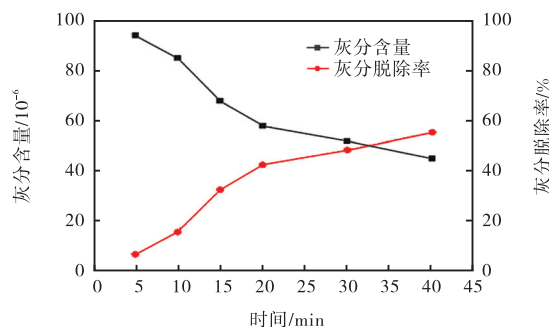


图 8 超声处理时间对灰分脱除率的影响

Fig.8 Effect of ultrasonic treatment duration on the ash removal rate

已有研究表明,超声处理能降低颗粒粒度^[20].超声波作用下,30 min 之后的聚丙烯颗粒中的灰分含量已经大幅度降低.这是因为初始阶段随着超声处理时间增加,声场中逐渐形成的空化气泡在固体表面发生溃陷,将产生微射流冲向固体表面,冲击原本黏合的聚丙烯颗粒,使包裹在聚丙烯颗粒团内部的灰分更易与异丙醇接触被脱除,改善灰分脱除效果.当超声处理时间超过 30 min 之后,不能有效降低聚丙烯灰分含量.考虑到能耗问题,超声处理时间设置在 30 ~ 40 min 更有利于降低能耗、节约成本.

3 影响因素正交分析

单因素实验结果表明,引入超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯颗粒脱灰能显著提升洗涤传质速度,有望降低处理成本.参考单因素实验结果,针对超声强化的聚丙烯洗涤脱灰处理,应用 4 因素 3 水平的正交实验表,分析各个因素影响的显著性,见表 2.

由表 2 中极差数据可以看出,4 个因素对洗涤后聚丙烯颗粒的灰分含量的影响从大到小依次是:超声处理时间,复合溶剂组分配比,液位高度,液固比例.从均值中可以得到,正交分析结果得到优化的超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯颗粒脱灰的工艺参数分别是液位高度 80 mm、复合溶剂与聚丙烯颗粒的液固比例 10 mL : 1 g、复合溶剂中正己烷与异丙醇体积比 21 : 4 和超声处理时间 30 min.

表 2 正交实验设计

Tab.2 Orthogonal experimental design

项目	液位高度/mm	液固比例/(mL : g)	正己烷和异丙醇体积比	超声处理时间/min	灰分脱除率/%
实验 1	40	10 : 1	7 : 3	10	6.97
实验 2	40	15 : 1	19 : 5	20	15.78
实验 3	40	20 : 1	21 : 4	30	23.81
实验 4	60	10 : 1	19 : 5	30	27.43
实验 5	60	15 : 1	21 : 4	10	15.84
实验 6	60	20 : 1	7 : 3	20	11.88
实验 7	80	10 : 1	21 : 4	20	42.57
实验 8	80	15 : 1	7 : 3	30	25.67
实验 9	80	20 : 1	19 : 5	10	14.75
均值 1	0.155	0.257	0.148	0.125	
均值 2	0.184	0.191	0.193	0.234	
均值 3	0.277	0.168	0.274	0.256	
极差	0.122	0.089	0.126	0.131	

4 超声强化复合溶剂洗涤机理分析

超声强化聚丙烯颗粒洗涤脱除灰分过程中,因超声处理过程时间较短,系统温度变化不明显,故不考虑温度变化对超声强化的影响. 超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯颗粒脱灰的机理示意如图 9 所示.

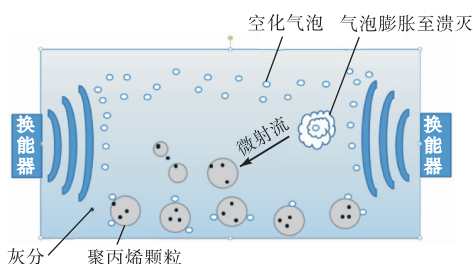


图 9 超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯脱灰机理示意

Fig.9 Schematic of the mechanism for polypropylene ash removal by ultrasound-enhanced composite solvent washing

本课题组在前期研究中发现,同时在壁面输入 20 kHz 和 40 kHz 的超声产生的高次谐波的峰值高度和面积均比单独使用 20 kHz 时有所增加,意味着稳态空化强度更强^[21]. 所以本文通过选择合理的换能器数量与布置,可以有效提高稳态空化强度,进而影响洗涤效果,提高灰分脱除率.

当复合溶剂液位上升到一定高度后,在反应器内形成谐振液位,能有效利用换能器输入系统的能量,声场强度上升,灰分脱除效果较好.

如图 10 所示,超声洗涤前的聚丙烯颗粒的粒径主要集中在 1.3 mm 左右,且分布较为对称,范围较为集中. 而洗涤之后的聚丙烯颗粒粒径集中在 10 ~ 70 μm 处,且粒度分布范围分散. 在超声机械效应和

空化效应的作用下,固体颗粒破碎,分散成更小的颗粒,利于暴露内部包裹的灰分颗粒,达到更好的洗涤脱灰效果.

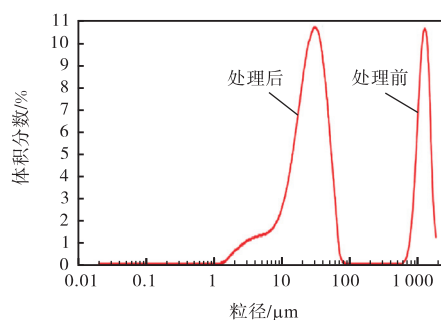


图 10 超声洗涤前后聚丙烯颗粒的粒径分布曲线

Fig.10 Particle size distribution curve of polypropylene particles before and after ultrasonic washing

异丙醇是极性溶剂,可以很好地将灰分从聚丙烯中脱除;而正己烷作为非极性溶剂,对聚丙烯会起到溶胀效果,更有利于极性溶剂进入颗粒内部对灰分进行脱除. 调整复合溶剂组分配比,可以使溶度参数与聚丙烯的溶度参数相近,提升溶胀效果,更好地辅助超声洗涤聚丙烯脱除灰分. 溶度参数的计算式为

$$\delta_{\text{mix}} = \delta_1 \phi_1 + \delta_2 \phi_2 \quad (2)$$

式中: δ_{mix} 为复合溶剂的溶度参数, $(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$; δ_1 为正己烷的溶度参数, $(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$; ϕ_1 为正己烷的体积分数, %; δ_2 为异丙醇的溶度参数, $(\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$; ϕ_2 为异丙醇的体积分数, %.

正己烷和异丙醇体积比为 21 : 4、7 : 3 和 4 : 1 的复合溶剂的溶度参数分别为 $16.3 (\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 、 $18.7 (\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 和 $15.5 (\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$. 而聚丙烯的溶度参数为 $16.8 (\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$, 与正己烷和异丙醇体积比为 21 : 4 的复合溶剂的溶度参数最为接近,溶胀效果更好.

综上,超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯脱灰分的工作机理为:超声空化引起的微射流对聚丙烯颗粒团进行冲击,造成颗粒团的破碎,暴露内部的灰分颗粒;同时,非极性溶剂正己烷辅助聚丙烯颗粒溶胀,有效促进极性溶剂异丙醇进入聚丙烯颗粒团内部,增加溶剂与聚丙烯颗粒团内部灰分的接触,利于灰分脱除.

5 结 论

本文以聚丙烯为研究对象,结合超声过程强化机理,采用控制变量法,在自行设计的正八棱柱超声反应器中,研究了超声反应器换能器数量及排布方式、复合溶剂组分配比、复合溶剂液位高度、复合溶剂与

聚丙烯颗粒的液固比例和超声处理时间等参数对聚丙烯颗粒灰分脱除效果的影响规律. 以灰分脱除效果为指标正交分析了各参数影响的显著性, 并分析了超声强化复合溶剂洗涤机理, 得到了以下结论.

(1) 随着复合溶剂中正己烷的体积占比增高, 超声处理时间延长, 洗涤后的聚丙烯颗粒灰分含量降低. 随着复合溶剂与聚丙烯颗粒液固比例中固相占比增大, 洗涤后的聚丙烯灰分含量先降低后增多.

(2) 对洗涤后聚丙烯颗粒的灰分含量的影响从大到小依次为: 超声处理时间, 复合溶剂组分配比, 复合溶剂液位高度, 液固比例. 当超声强化聚丙烯灰分脱除中参数优化条件为换能器个数 4、液位高度 80 mm、复合溶剂正己烷与异丙醇体积比 21:4、复合溶剂与聚丙烯颗粒液固比例 10 mL:1 g 以及超声处理时间 30 min 时, 洗涤后的聚丙烯灰分含量达到 50×10^{-6} 以下, 符合超低灰分聚丙烯的要求.

(3) 超声强化复合溶剂洗涤聚丙烯灰分脱除的作用机理是: 利用超声空化效应使聚丙烯体颗粒团破碎, 将内部的灰分暴露在溶剂中, 有效促进极性溶剂异丙醇进入聚丙烯颗粒团内部, 增大溶剂与灰分接触面积, 促进提高灰分脱除效果.

参考文献:

- [1] 张丕生, 孙福国, 徐 辉, 等. 电容器薄膜用聚丙烯的生产现状[J]. 合成树脂及塑料, 2021, 38(3): 59-63.
Zhang Pisheng, Sun Fuguo, Xu Hui, et al. Production status of polypropylene for capacitor films[J]. China Synthetic Resin and Plastics, 2021, 38(3): 59-63 (in Chinese).
- [2] The Prime Polymer Company. Polypropylene for Film Capacitor, Polypropylene Sheet for Film Capacitor, Method for Producing the Same, and Uses of the Same: US 9449761B2[P]. 2016-09-20.
- [3] 齐迎昊, 张 翀, 邢照亮, 等. 溶剂洗涤法脱除聚丙烯中的灰分[J]. 合成树脂及塑料, 2020, 37(4): 9-13.
Qi Yinghao, Zhang Chong, Xing Zhaoliang, et al. Removal of ash from polypropylene by solvent washing [J]. China Synthetic Resin and Plastics, 2020, 37(4): 9-13 (in Chinese).
- [4] Shi Z P, Wang Z D, Yang B W, et al. Insights into cavitation enhancement: Numerical simulation and spectrum analysis of a novel dual-frequency octagonal ultrasonic reactor[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2023, 95: 106432.
- [5] 王泽栋, 石至平, 刘丽艳. 考虑气泡非均匀耗散的矩形反应器声流场数值模拟及结构优化[J]. 化工学报, 2023, 74(5): 1965-1973.
Wang Zedong, Shi Zhiping, Liu Liyan. Numerical simulation and optimization of acoustic streaming considering inhomogeneous bubble cloud dissipation in rectangular reactor[J]. Journal of Chemical Industry and Engineering (China), 2023, 74(5): 1965-1973 (in Chinese).
- [6] 张 欢, 高春阳, 胡海杰, 等. 超声强化臭氧传质及其氧化降解邻苯二甲酸二丁酯[J]. 当代化工, 2024, 53(9): 2054-2060.
Zhang Huan, Gao Chunyang, Hu Haijie, et al. Ultrasound-enhanced ozone mass transfer and its oxidative degradation of dibutyl phthalate[J]. Contemporary Chemical Industry, 2024, 53(9): 2054-2060 (in Chinese).
- [7] 孙 杰. 超声强化传质对 NaP 分子筛合成过程调控及其对 Pb(II) 吸附性能的研究[D]. 大庆: 东北石油大学, 2021.
Sun Jie. Study on the Regulation of NaP Zeolite Synthesis Process by Ultrasound-Enhanced Mass Transfer and Its Adsorption Performance for Pb(II) [D]. Daqing: Northeast Petroleum University, 2021 (in Chinese).
- [8] Choi J, Son Y. Quantification of sonochemical and sonophysical effects in a 20 kHz probe-type sonoreactor: Enhancing sonophysical effects in heterogeneous systems with millisized particles[J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2021, 82: 105888.
- [9] Ran X M, Yuan J. Study on the deashing of lignite with hydrochloric acid/sodium fluoride leaching, assisted by microwave and ultrasonic waves[J]. Materials, 2024, 17(14): 3537.
- [10] 余满林, 贺满江, 程 亮, 等. 超声强化清洗含油污泥参数优化与机理分析[J]. 当代化工, 2023, 52(7): 1610-1614.
Yu Manlin, He Manjiang, Cheng Liang, et al. Parameter optimization and mechanism analysis of ultrasound-enhanced cleaning of oily sludge[J]. Contemporary Chemical Industry, 2023, 52(7): 1610-1614 (in Chinese).
- [11] 阮 中, 周 艳, 朱 宁, 等. 基于激光多普勒测速技术的超声驻波声场特性的研究[J]. 品牌与标准化, 2024(3): 229-231.
Ruan Zhong, Zhou Yan, Zhu Ning, et al. Research on

- the characteristics of ultrasonic standing wave field based on laser Doppler velocimetry technology[J]. Brand & Standardization, 2024(3): 229-231 (in Chinese).
- [12] 魏 鑫. 声化学反应器内声场的研究[D]. 西安: 陕西师范大学, 2012.
- Wei Xin. Study on Acoustic Field in Sonochemical Reactors[D]. Xi'an: Shaanxi Normal University, 2012 (in Chinese).
- [13] 岳晨曦, 高 攀, 罗锡棋, 等. 超声波液体处理中声场分布与换能器特性研究[J]. 传感技术学报, 2024, 37(6): 951-958.
- Yue Chenxi, Gao Pan, Luo Xiqi, et al. Study on acoustic field distribution and transducer characteristics in ultrasonic liquid processing[J]. Chinese Journal of Sensors and Actuators, 2024, 37(6): 951-958 (in Chinese).
- [14] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 9345.1—2008 塑料灰分的测定第 1 部分: 通用方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China, Standardization Administration of China. GB/T 9345.1—2008 Plastics—Determination of Ash—Part 1: General Methods[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008 (in Chinese).
- [15] 叶新新, 邢照亮, 姜 涛, 等. 聚丙烯洗涤脱灰工艺研究[J]. 化学工业与工程, 2023, 40(4): 122-128.
- Ye Xinxin, Xing Zhaoliang, Jiang Tao, et al. Study on washing and deashing process of polypropylene[J]. Chemical Industry and Engineering, 2023, 40(4): 122-128 (in Chinese).
- [16] 刘丽艳, 栾振威, 张 爱, 等. 超声空化强度的化学计量表征方法[J]. 天津大学学报(自然科学与工程技术版), 2016, 49(3): 299-304.
- Liu Liyan, Luan Zhenwei, Zhang Ai, et al. Stoichiometric characterization methods for ultrasonic cavitation strength[J]. Journal of Tianjin University (Science and Technology), 2016, 49(3): 299-304 (in Chinese).
- [17] Honma C, Kobayashi D, Matsumoto H, et al. Effect of particle addition on degradation rate of methylene blue in an ultrasonic field[J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2013, 52: 07HE11.
- [18] Liu J, Wang S X, Liu C H, et al. A naked-eyes detection method and the influence of solid particles for the ultrasonic cavitation[J]. Chemical Papers, 2021, 75(12): 6389-6397.
- [19] Liu T Y, Hou C L, Li H R, et al. The impact of solid particles and oil characteristics on the separation efficacy of oil sludge ultrasonic treatment[J]. Chemical Engineering and Processing—Process Intensification, 2024, 205: 109965.
- [20] 栾振威. 超声空化与固体颗粒交互作用机理[D]. 天津: 天津大学, 2015.
- Luan Zhenwei. Mechanism of Interaction Between Ultrasonic Cavitation and Solid Particles[D]. Tianjin: Tianjin University, 2015 (in Chinese).
- [21] 刘丽艳, 杨 超, 刘芑宏, 等. 谱分析法与改进电导率法测量超声空化强度[J]. 天津大学学报(自然科学与工程技术版), 2021, 54(3): 303-310.
- Liu Liyan, Yang Chao, Liu Penghong, et al. Measurement of ultrasonic cavitation intensity by the spectral analysis and improved electrical conductivity methods[J]. Journal of Tianjin University (Science and Technology), 2021, 54(3): 303-310 (in Chinese).

(责任编辑: 田 军)