Application Note AN-PAN-1010

Online-Analyse von Schwefelsäure und Zinksulfat im Viskoseverfahren

Viskose ist ein vielseitiges Material, das in verschiedenen Branchen eingesetzt wird. Neben der weit verbreiteten Verwendung in Textilien spielt es auch eine entscheidende Rolle bei Automobilkomponenten wie Reifen und Riemen.

Um die Viskoseproduktion zu optimieren und die Produktqualität zu erhalten, ist eine strenge Prozesskontrolle unerlässlich. Eine entscheidende Komponente dieser Kontrolle ist die präzise Bestimmung von Schwefelsäure (H_2SO_4) und Zinksulfat ($ZnSO_4$) während des Nassspinnprozesses.

Diese Process Application Note informiert über den Einsatz des 2060 TI Process Analyzer oder des 2035 Process Analyzer für die potentiometrische Online-Titration und die kolorimetrische Analyse von H_2SO_4 bzw. $ZnSO_4$. Diese Online-Prozessanalysatoren überwachen kontinuierlich die Schwefelsäure- und Zinksulfatkonzentration, um ein optimales Nassspinnverfahren sicherzustellen.

EINFÜHRUNG

Viskose, auch als Rayon bekannt, ist eine künstlich hergestellte Faser. Sie wird aus regenerierten Zellulosematerialien wie Zellstoff und Baumwoll-Linters hergestellt, und es wird erwartet, dass bis 2032 ihr Marktvolumen auf 40,26 Milliarden USD ansteigen wird [1,2].

Viskose wird durch die wachsende Nachfrage nach nachhaltiger Mode immer beliebter. Ihre weichen, atmungsaktiven und saugfähigen Eigenschaften machen sie zu einer komfortablen und umweltfreundlichen Alternative zu Baumwolle und Polyester.

m ersten Produktionsschritt wird der Zellstoff in Natriumhydroxid (NaOH) getränkt, um ihn in alkalische Zellulose umzuwandeln (Abbildung 1). Nach dem Pressen und Schreddern lässt man die Zellulose ausreifen und depolimerisieren.. Eine Lösung von Schwefelkohlenstoff (CS_2) wird hinzugefügt, um Cellulosexanthat zu bilden. Die so entstandenen Krümel werden in NaOH aufgelöst, um eine zähflüssige Lösung zu erhalten, die Viskose genannt wird.

Nach der Reifung, Filtration und Entgasung wird die Viskoselösung unter Druck durch Metalldüsen gepumpt, die in ein Spinnbad getaucht sind. Das Spinnbad enthält Schwefelsäure (H_2SO_4) zum Ansäuern der Cellulose-Xanthate, Natriumsulfat (Na_2SO_4) zur schnellen Koagulation und Zinksulfat ($ZnSO_4$) zur Vernetzung der Cellulosemoleküle.

Durch eine Abänderung der Verfahrensbedingungen und das Hinzufügen unterschiedlichster Chemikalien werden verschiedene Arten von Viskosefasern hergestellt. Am Ende des Prozesses stehen Ziehen, Waschen und Bleichen.

Zur Optimierung des Nassspinnverfahrens (Abbildung 1, violetter Stern)ist es wichtig, die Säure- und Zinkkonzentration rund um die Uhr zu messen. Traditionell werden Gesamtschwefel und Schwefel aus Nebenprodukten durch ein aufwändiges gravimetrisches Verfahren mit Sulfatausfällung quantifiziert [3]. Die für diese Methode erforderlichen technischen Fachkenntnisse sowie der Zeit- und Raumbedarf haben jedoch ihre praktische Anwendung eingeschränkt. Daher ist die Implementierung schneller und zuverlässiger Analysetechniken für eine effektive Prozesskontrolle unerlässlich.

Metrohm Process Analytics bietet mehrere Optionen zur Messung der kritischen chemischen Komponenten im Viskose-Spinnbad. Der 2060 TI Process Analyzer (Abbildung 2) wird für die gleichzeitige Messung der Schwefelsäure- und Zinkkonzentration eingesetzt. Der Analysator spielt dabei auch eine wichtige Rolle bei der Regelung des

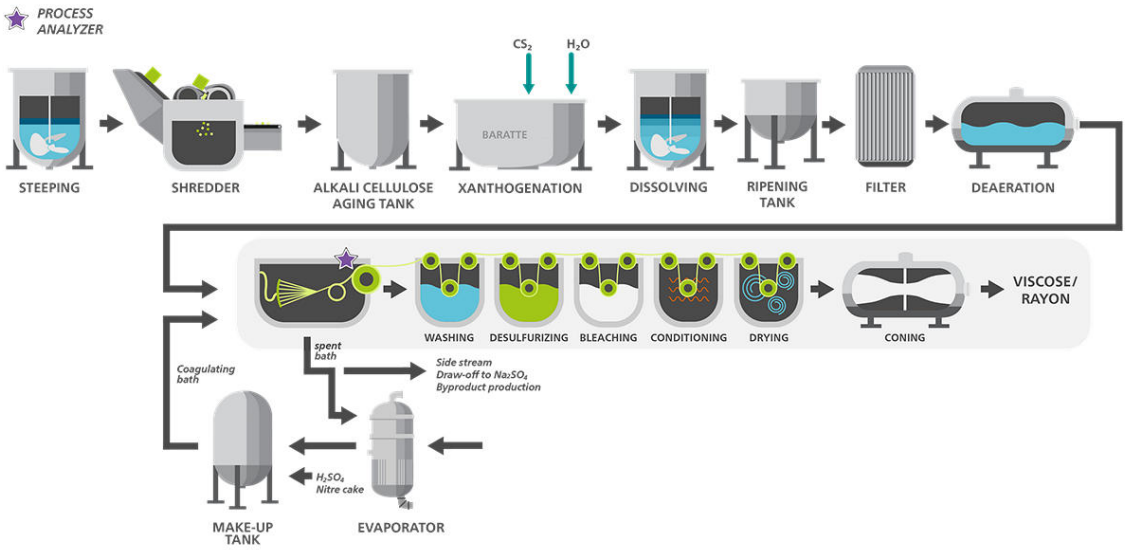


Abbildung 1. Illustration des Prozesses der Viskose-Herstellung (adaptiert aus [4])

APPLIKATION

Schwefelsäure und Zinksulfat werden mittels potentiometrischer Titration bzw. kolorimetrischer Messung analysiert. Der 2060 TI Process Analyzer kann beide Analysen gleichzeitig durchführen: potentiometrische Titration für H_2SO_4 und kolorimetrische Messung für $ZnSO_4$. Die Ergebnisse werden automatisch gegen bekannte Standardlösungen validiert, um die Einhaltung der voreingestellten Kontrollgrenzen zu gewährleisten (siehe Tabelle 1). Für die Einzelparameteranalyse ist der 2035 Process Analyzer in zwei speziellen Versionen erhältlich: Potentiometrisch für H_2SO_4 und Photometrisch für $ZnSO_4$.

Abbildung 2. Der 2060 TI Process Analyzer zur Überwachung kritischer Chemikalien, die in der Viskoseproduktion verwendet werden.

Tabelle 1. Prozessparameter und Konzentrationsbereiche

Parameter	[g/L]
H_2SO_4	0–180
$ZnSO_4$	2.5–2.8

HINWEISE

Zur Optimierung des Nassspinnverfahrens können zusätzliche Analysetechniken eingesetzt werden. So kann beispielsweise die Röntgenfluoreszenz (RFA) eine Echtzeitüberwachung von Spurenelementen wie Zink in der Spinnlösung ermöglichen. Die genaue Messung der Zinkkonzentration ist von entscheidender Bedeutung, da sie aufgrund von Faktoren wie Messdauer, Hintergrundstörungen, Detektorempfindlichkeit und Probenvorbereitung schwanken kann. Der 2060 XRF Process Analyzer von Metrohm Process Analytics kann für diese Fragestellungen eingesetzt werden.

FAZIT

Mit dem 2060 TI Process Analyzer und dem 2035 Process Analyzer – Potentiometrie von Metrohm Process Analytics kann die Konzentration von Schwefelsäure und Zinksulfat im Viskoseproduktionsprozess bestimmt werden. Dies ermöglicht eine optimierte Produktion, eine verbesserte Viskosequalität und einen geringeren Chemikalienverbrauch.

REFERENZEN

[1] Fibre2fashion. *Global viscose fibre market to grow 6.2% annually by 2026*. https://www.fibre2fashion.com/news/textile-news/global-viscose-fibre-market-to-grow-6-2-annually-by-2026--283880-newsdetails.htm (accessed 2024-08-12).

[2] *Viscose Staple Fiber Market Size | Global Industry Report [2032]*. https://www.fortunebusinessinsights.com/viscose-staple-fiber-market-105431 (accessed 2024-08-12).

[3] Lanieri, D.; Alberini, I. C.; Olmos, G. V.; et al. Rapid Estimation of Gamma Number of Viscose by UV Spectrophotometry. *O Papel* 2014, *75*, 60–65.

[4] Mendes, I. S. F.; Prates, A.; Evtuguin, D. V. Production of Rayon Fibres from Cellulosic Pulps: State of the Art and Current Developments. *Carbohydrate Polymers* 2021, *273*, 118466. DOI:10.1016/j.carbpol.2021.118466

VERWANDTE APPLICATION NOTES

AN-PAN-1004 ABC-Titration: Analyse von Alkali, Karbonat, Hydroxid und Sulfid in Zellstoffflotten

AN-PAN-1011 Bestimmung der Permanganat-Absorptionszahl (PAN)

AN-PAN-1035 Automatisierte Online-Analyse von Indigo, Hydrosulfit und anderen Parametern in Textilfärbebädern

VORTEILE DER ONLINE-PROZESSANALYSE

- **Optimieren Sie die Produktqualität** und steigern Sie den Gewinn durch schnelle Reaktionszeiten auf Prozessschwankungen.
- **Vollautomatische Diagnose** - automatische Alarme, wenn Proben außerhalb der Spezifikationsparameter liegen.
- **Vermeiden Sie unnötige Kosten**, indem Sie mehrere Parameter in Ihrem Prozessstrom gleichzeitig messen.

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION

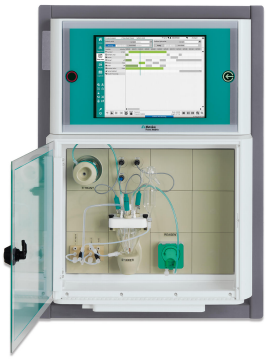
2060 Process Analyzer

Der 2060 Process Analyzer ist ein Online-Analysengerät für die Nass-Chemie, das sich für zahlreiche Anwendungen eignet. Dieser Prozessanalysator bietet ein neues Baukastensystem, das eine zentrale Plattform hat, den sogenannten „Basisschrank.

Der Basisschrank besteht aus zwei Teilen. Der obere Teil enthält einen Touchscreen sowie einen Industrie-PC. Im unteren Teil befindet sich der flexible Nassteil, in dem die Hardware für die eigentliche Analyse untergebracht ist. Wenn die Kapazität des Nassteils aus der Grundausstattung nicht ausreicht, um eine analytische Herausforderung zu bewältigen, kann der Basisschrank auf bis zu vier weitere Nassteilschränke erweitert werden. So lässt sich sicherstellen, dass selbst für die anspruchsvollsten Anwendungen genügend Platz vorhanden ist. Die zusätzlichen Schränke lassen sich so konfigurieren, dass jeder Nassteilschrank zwecks Erhöhung der Betriebszeit des Analysengeräts mit einem Reagenzienschrank, der über eine integrierte (kontaktlose) Füllstandserfassung verfügt, kombiniert werden kann.

Der 2060 Process Analyzer bietet verschiedene nasschemische Methoden: Titration, Karl-Fischer-Titration, Photometrie, Direktmessung und Standardadditionsverfahren.

Zur Erfüllung aller Projektanforderungen (oder all Ihrer Bedürfnisse) sind auch Probenaufbereitungssysteme erhältlich, die eine stabile Analyselösung garantieren. Wir können jedes Probenaufbereitungssystem liefern, unter anderem zum Kühlen oder Heizen, Druckmindern oder Entgasen, Filtrieren und für vieles mehr.



2035 Process Analyzer – Potentiometrie

Der 2035 Process Analyzer verwendet für die potentiometrische Titration und ionenselektive Messungen spezielle Titriermittel und Elektroden. Diese Gerätevariante des 2035 Process Analyzers ist zudem geeignet für ionenselektive Analysen mit Hochleistungselektroden von Metrohm. Dieses genaue Standardadditionsverfahren ist ideal für kompliziertere Probenmatrices.

Die potentiometrische Gerätevariante des Analysengeräts bietet unter allen auf dem Markt angebotenen Messverfahren die genauesten Resultate. Mit weit mehr als 1000 bereits verfügbaren Applikationen ist auch die Titration in nahezu allen Industriezweigen eines der meist eingesetzten Verfahren zur Analyse Hunderter von Komponenten und reicht von der Säure-Base-Analyse bis zur Bestimmung der Metallkonzentrationen in Galvanikbädern.

Die Titration ist eine der gängigsten chemischen Absolutmethoden, die heute verwendet wird. Das Verfahren ist unkompliziert und benötigt keine Kalibrierung.

In dieser Konfiguration erhältliche Titrationsvarianten:

- Potentiometrische Titration
- Kolorimetrische Titration mit Lichtleitertechnologie
- Wassergehaltsbestimmung nach der Karl-Fischer-Titrationsmethode