

Automatisierte Bestimmung der Kappa-Zahl in Zellstoffproben

Beschreibung

Mit Hilfe der Kappa-Zahl wird der in Zellstoffproben enthaltene Ligninanteil bestimmt, welcher zur Beurteilung des vorangegangenen Bleichprozesses dient; je länger der Zellstoff gekocht und gebleicht wurde, desto geringer ist der Ligningehalt und damit auch die Kappa-Zahl.

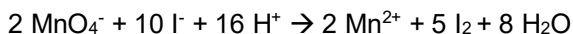
Zur Bestimmung der Kappa-Zahl wird eine an die zu erwartende Kappa-Zahl angepasste Einwaage der Zellstoffprobe zerkleinert, mit 400 ml VE-Wasser versetzt und für 10 Minuten gerührt. Nach den 10 Minuten wird die Probe mit 50 ml Kaliumpermanganatlösung (KMnO_4 , 0,02 mol/L) versetzt, mit 50 ml Schwefelsäure (H_2SO_4 , 2 mol/L) angesäuert und für weitere 10 Minuten gerührt. Die Zugabe des KMnO_4 und der H_2SO_4 erfolgt gleichzeitig. Die Reaktion wird durch Zugabe von 10 ml Kaliumiodidlösung (KI, 1 mol/l) gestoppt. Das überschüssige KMnO_4 reagiert mit dem Iodid zu Iod, welches mit Natriumthiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,2 mol/l) titriert wird.

Reaktionsgleichungen:

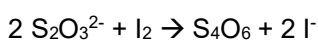
Die Einwaage wird so gewählt, dass ca. 50% des MnO_4^- verbraucht wird.



Die Reaktion wird durch Zugabe von KI gestoppt.



Das gebildete Iod wird mit $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ titriert.



Berechnung der Kappa-Zahl:

1. Berechnung des verbrauchten Volumen V_a an KMnO_4 :

$$V_a = \frac{(V_1 - V_2)c}{0,1}$$

mit

V_1 = Verbrauch an $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ während der Blindwertbestimmung

V_2 = Verbrauch an $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ während der Probestitration

c = Konzentration der $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

0,1 = numerischer Faktor, berechnet aus der Molarität des Permanganats und dem stöchiometrischen Faktor f der Reaktion: $c_{\text{KMnO}_4} \cdot f = 0,02 \cdot 5$

2. Berechnung eines Korrekturfaktors d , der den Permanganatverbrauch in Abhängigkeit von V_a auf 50% Verbrauch korrigiert.

$$d = 10^{0,00093(2V_a - 50)}$$

$$= e^{\ln(10) \cdot (0,00093(2V_a - 50))}$$

3. Berechnung der Kappa-Zahl korrigiert auf 25 °C

$$K = \frac{V_a \cdot d}{m} \cdot (1 + 0,013(25 - T))$$

mit

T = tatsächliche Temperatur, gemessen während der Titration

m = Einwaage der Zellstoffprobe in g

Geräte

Titrator	TL 7000 mit 20 ml Aufsatz
Elektrode	Pt 6980
Kabel	L 1 A
Büretten	T 500 mit 50 ml Aufsatz
	T 300 mit 50 ml Aufsatz
	T 300 mit 20 ml Aufsatz
Probenwechsler	TW alpha plus mit Probeteller TZ 1453
Rührer	Stabrührer TZ 1844 mit Propellerflügel TZ 1863
Pumpe	Membranpumpe MP 25
Sonstiges	TitriSoft, Thermometer W 5780 NN
Laborgeräte	Bechergläser 600 ml, hohe Form, ohne Ausguss

Eine vollständige Zusammenstellung aller benötigten Komponenten inkl. Bestellnummern kann auf Anfrage zur Verfügung gestellt werden.



Abbildung 1: Gesamter Aufbau eines Systems zur automatischen Kappa-Zahl Bestimmung



Abbildung 2: Titrationskopf, Ansicht 1



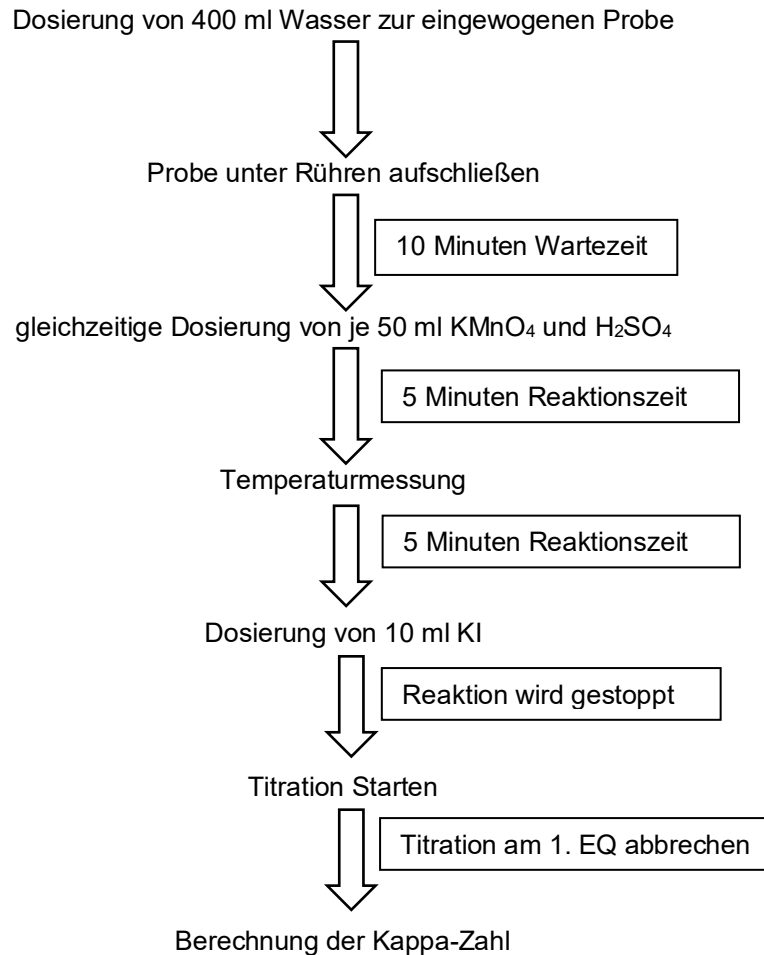
Abbildung 3: Titrationskopf, Ansicht 2

Reagenzien

1	VE-Wasser
2	Kaliumpermanganatlösung, 0,02 mol/L
3	Schwefelsäure, 2 mol/l
4	Kaliumiodid, 1mol/L
5	Natriumthiosulfat, 0,2 mol/l
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein.	

Durchführung der Titration

Die Titration und Ansteuerung der verwendeten Geräte erfolgt durch die Titrationssoftware TitriSoft. Der prinzipielle Ablauf ist im Folgenden dargestellt. Alle dargestellten Schritte werden automatisch von TitriSoft durchgeführt.

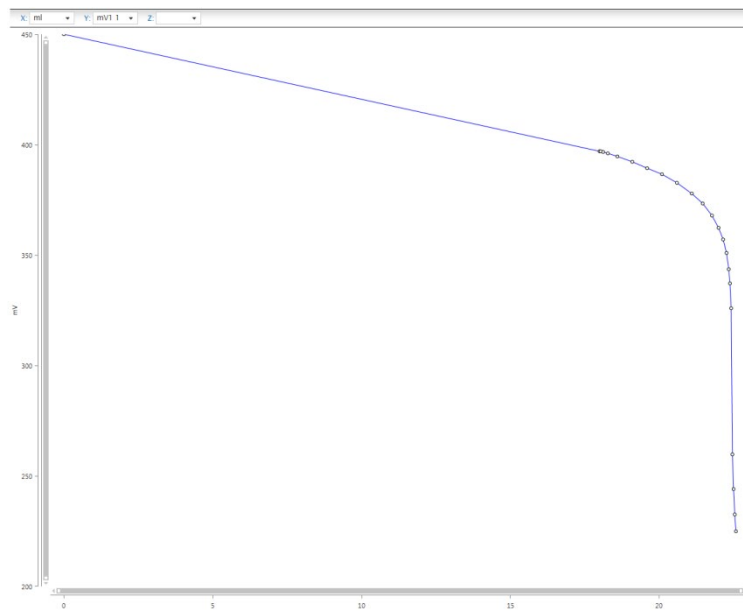


Der Ablauf der Blindwertbestimmung ist identisch zur Probentitration. Ausgewertet wird hier jedoch nur der EQ und als globale Variable gespeichert.

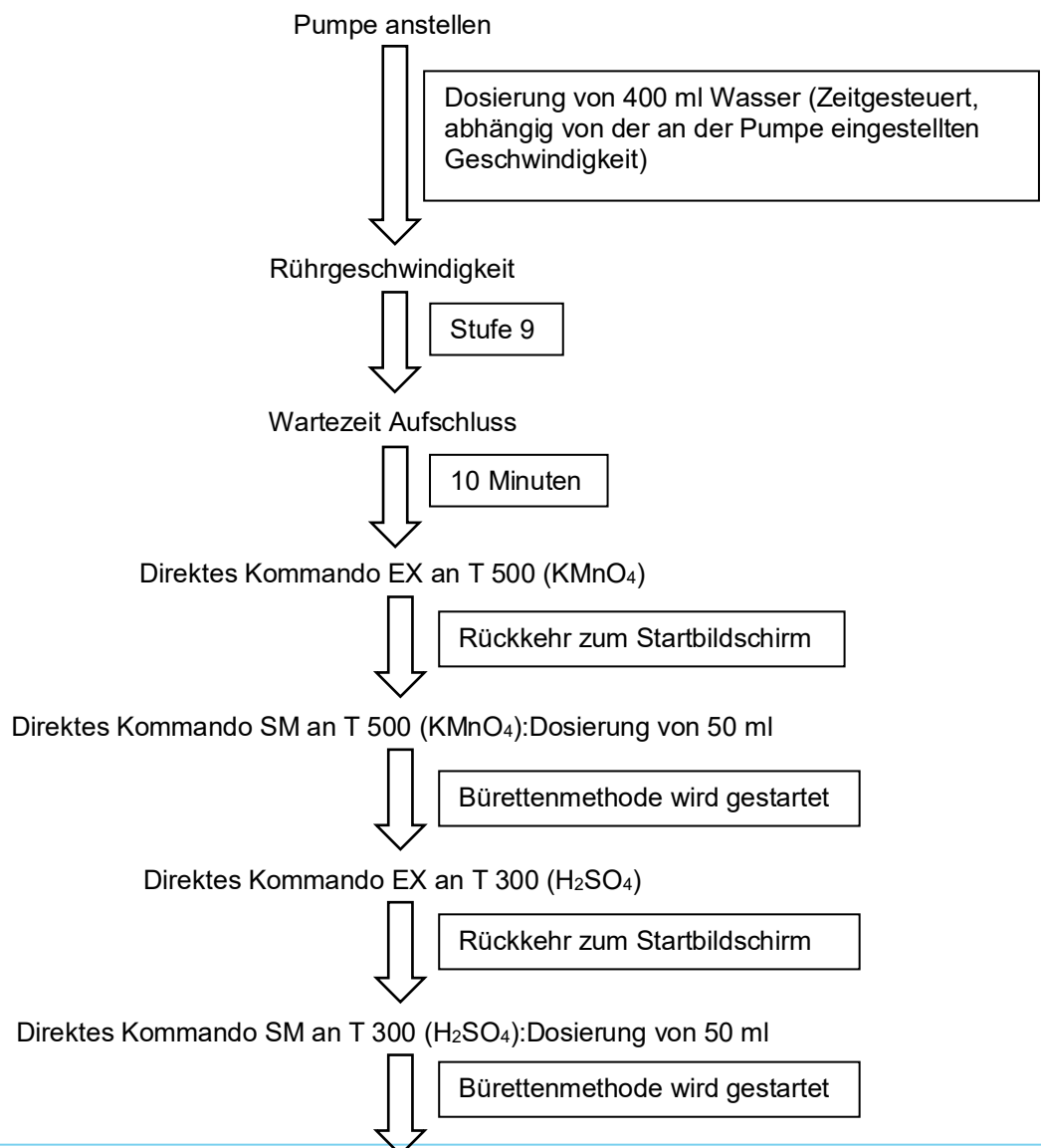
Der komplette Ablauf der Titrationskommandos kann dem Anhang dieser Applikationsvorschrift entnommen werden.

Auf Anfrage kann eine vorkonfigurierte Datenbank mit allen benötigten Methoden und Einstellungen zur automatischen Bestimmung der Kappa-Zahl zur Verfügung gestellt werden.

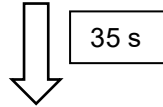
Beispielkurve:



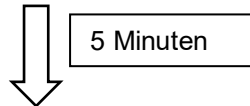
Anhang: Kompletter Ablauf der Titrationskommandos in TitriSoft



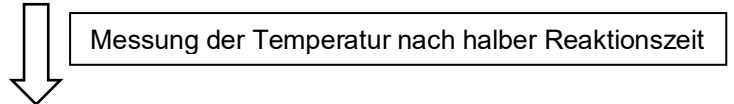
Wartezeit bis Dosierung abgeschlossen



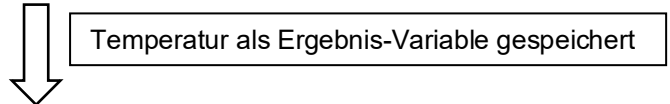
Wartezeit



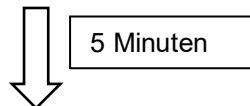
Temperaturmessung



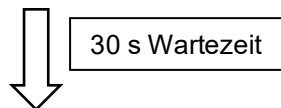
Berechnung



Wartezeit



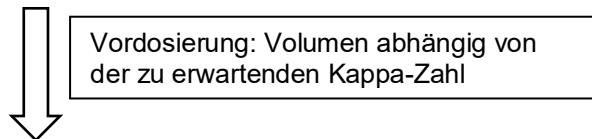
Dosieren: 10 ml KI von T 300



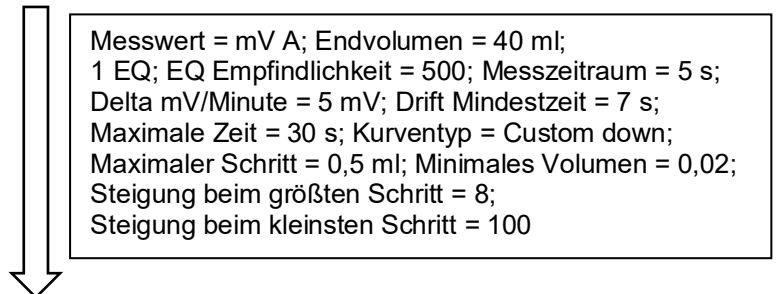
Kurve zurück setzen



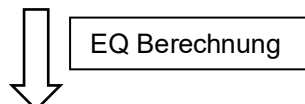
Dosieren: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ von TL 7000



Dynamische Titration mit TL 7000



Formel



Formel



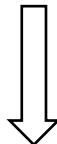
Berechnung des verbrauchten Volumens an KMnO_4

Formel



Berechnung des Korrekturfaktors d

Formel



Berechnung der Kappa-Zahl korrigiert auf eine Temperatur von 25 °C

Rührgeschwindigkeit



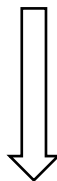
Stufe 0

Direktes Kommando KH an TW alpha plus



Kopf heben am Probenwechsler

Wartezeit



15 Sekunden (Abtropfzeit, damit keine anderen Proben kontaminiert werden)

Titrationsende, Spülvorgang (erste drei Positionen) startet automatisch