

# 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.

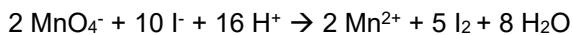
Zur Bestimmung der Kappa-Zahl wird eine an die zu erwartende Kappa-Zahl angepasste Einwaage der Zellstoffprobe zerkleinert, mit 400 ml VE-Wasser versetzt und für 10 Minuten gerührt. Nach den 10 Minuten wird die Probe mit 50 ml Kaliumpermanganatlösung ( $\text{KMnO}_4$ , 0,02 mol/L) versetzt, mit 50 ml Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 2 mol/L) angesäuert und für weitere 10 Minuten gerührt. Die Zugabe des  $\text{KMnO}_4$  und der  $\text{H}_2\text{SO}_4$  erfolgt gleichzeitig. Die Reaktion wird durch Zugabe von 10 ml Kaliumiodidlösung (KI, 1 mol/l) gestoppt. Das überschüssige  $\text{KMnO}_4$  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:

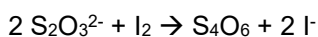
Die Einwaage wird so gewählt, dass ca. 50% des  $\text{MnO}_4^-$  verbraucht wird.



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  $\text{KMnO}_4$ :

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

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

Titratoren	TL 7000 oder höher
Wechselaufsatz	WA 20
Elektrode	Pt 6980
Kabel	L 1 A
Büretten	T 500 mit 50 ml Wechselaufsatz
	T 300 mit 50 ml Dosieraufsatz
	T 300 mit 20 ml Dosieraufsatz
Probenwechsler	TW alpha plus mit Probenteller 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



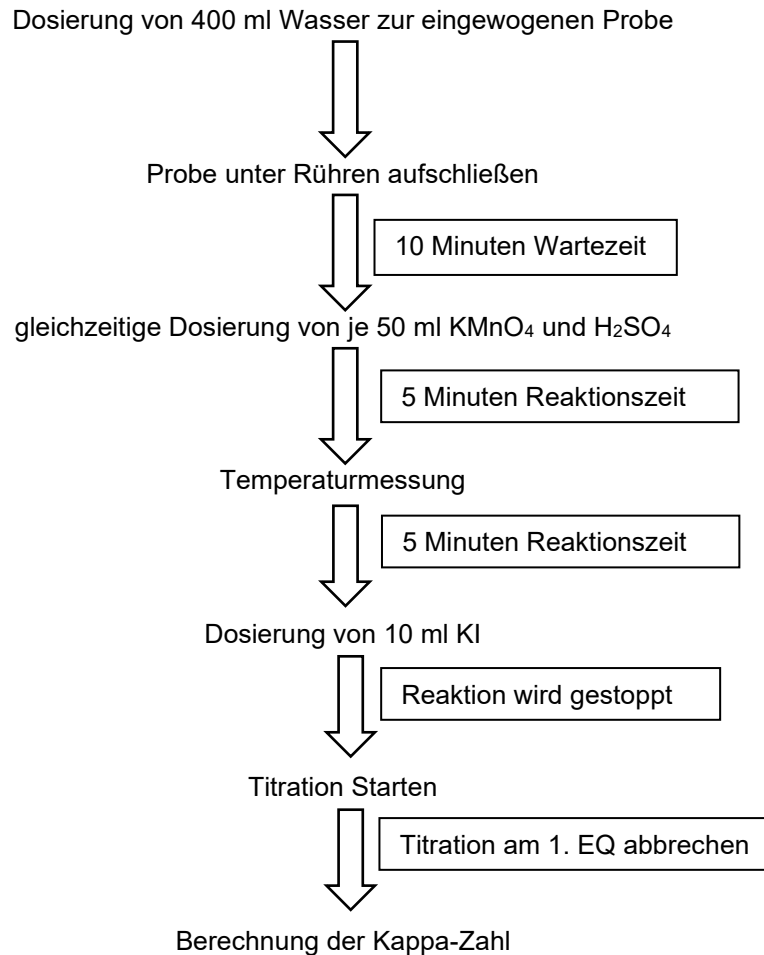
Abbildung 3: Titrationskopf, Ansicht 2

## 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.

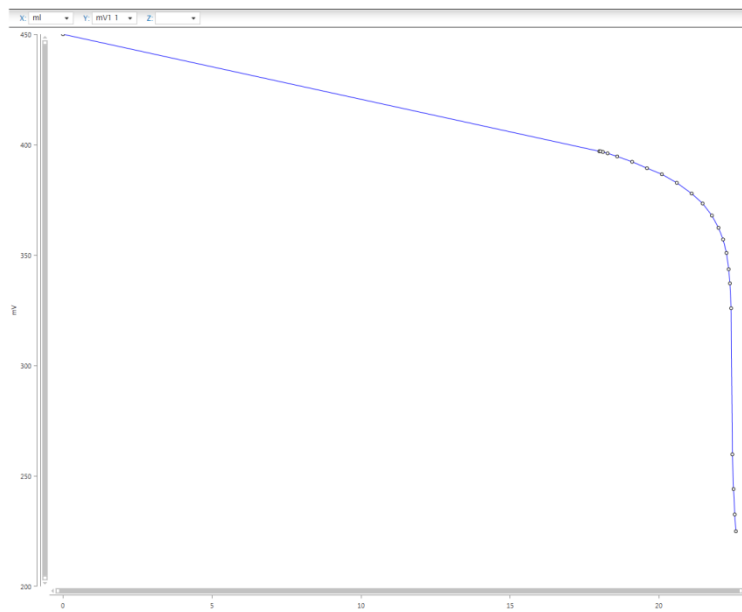


Der Ablauf der Blindwertbestimmung ist identisch zur Proben titration. Ausgewertet wird hier jedoch nur der EQ und als globale Variable gespeichert.

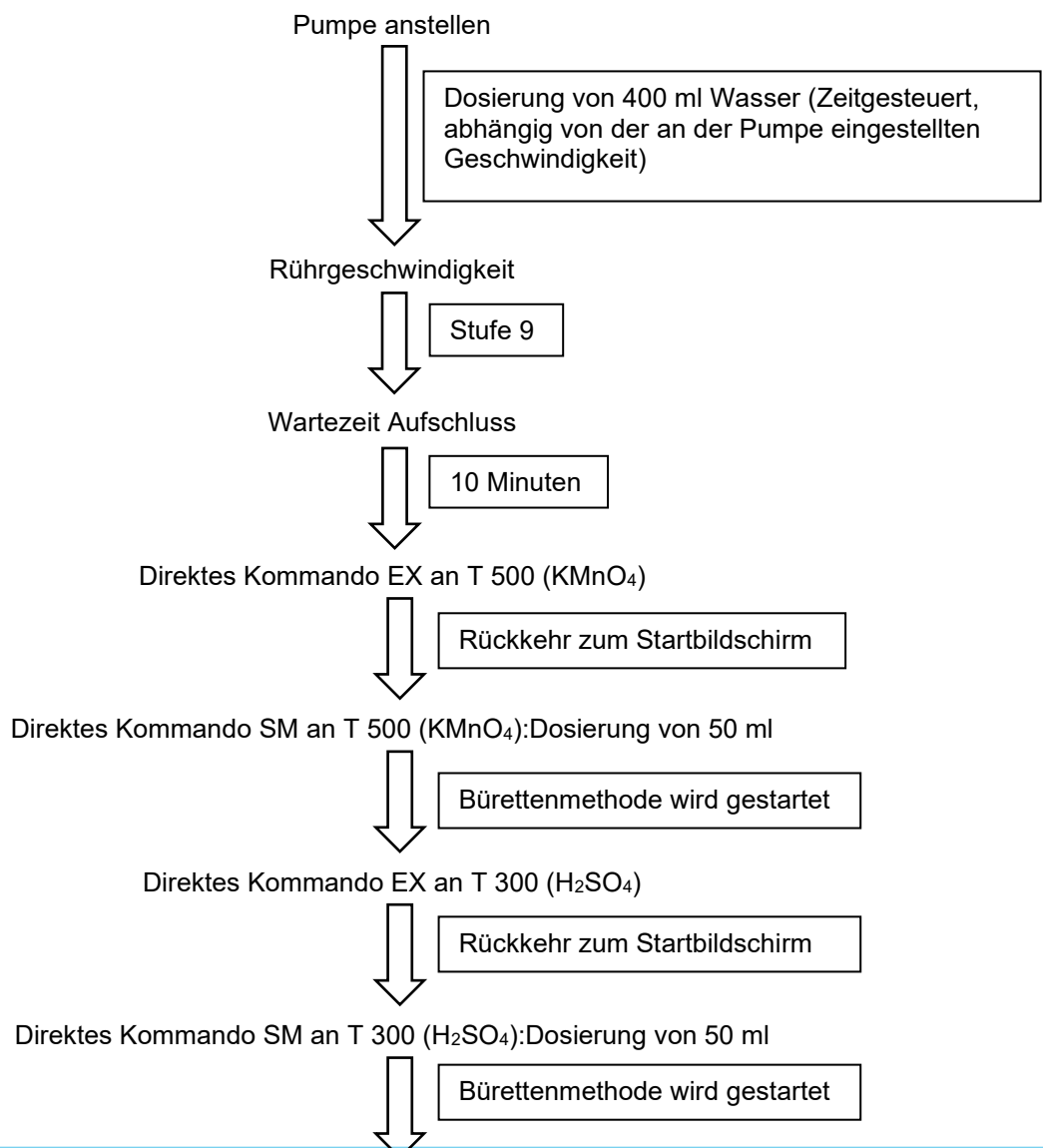
Der komplette Ablauf der Titrationskommandos kann dem Anhang dieser Applikationsvorschrift entnommen werden.

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

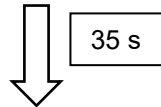
Beispielkurve:



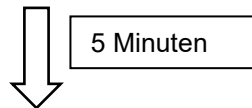
### Anhang: Kompletter Ablauf der Titrationskommandos in TitrSoft



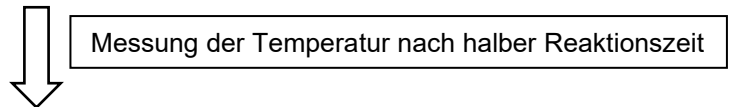
Wartezeit bis Dosierung abgeschlossen



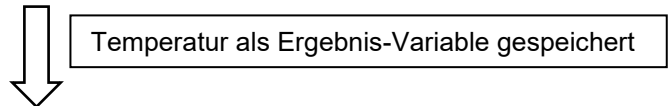
Wartezeit



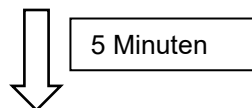
Temperaturmessung



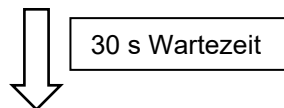
Berechnung



Wartezeit



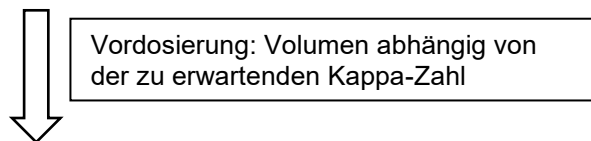
Dosieren: 10 ml KI von T 300



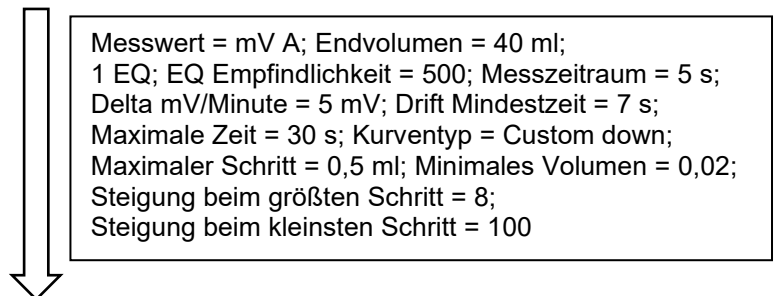
Kurve zurück setzten



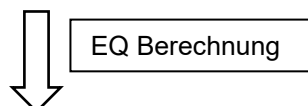
Dosieren:  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  von TL 7000



Dynamische Titration mit TL 7000



Formel



Formel



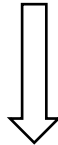
Berechnung des verbrauchten Volumens an  $\text{KMnO}_4$

Formel



Berechnung des Korrekturfaktors  $d$

Formel



Berechnung der Kappa-Zahl korrigiert auf eine Temperatur von  $25\text{ }^\circ\text{C}$

Rührgeschwindigkeit



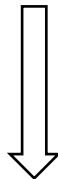
Stufe 0

Direktes Kommando KH an TW alpha plus



Kopf heben am Probenwechsler

Wartezeit



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

Titrationseende, Spülvorgang (erste drei Positionen) startet automatisch