



Application Note AN-PAN-1010

Analyse en ligne de l'acide sulfurique et du sulfate de zinc dans le processus de fabrication de la viscose

La viscose est un matériau polyvalent utilisé dans diverses industries. Outre son utilisation répandue dans les textiles, elle joue un rôle crucial dans les composants automobiles tels que les pneus et les courroies.

Pour optimiser la production de viscose et maintenir la qualité du produit, un contrôle rigoureux du processus est essentiel. Un élément essentiel de ce contrôle est la détermination précise de l'acide sulfurique (H_2SO_4) et du sulfate de zinc (ZnSO_4) au cours du processus de filage humide.

Cette note d'application de procédé démontre l'utilisation de l'analyseur de procédé TI 2060 ou de l'analyseur de procédé 2035 pour le titrage potentiométrique en ligne et l'analyse colorimétrique du H_2SO_4 et du ZnSO_4 , respectivement. Ces analyseurs de processus en ligne contrôlent en permanence l'acide sulfurique et le sulfate de zinc afin de garantir des concentrations optimales dans le processus de filature humide de la fabrication de viscose.

INTRODUCTION

La viscose, souvent appelée rayonne, est la première fibre artificielle. Créée à partir de matériaux cellulosiques régénérés tels que la pulpe de bois et les linters de coton, la taille de son marché devrait atteindre 40,26 milliards de dollars d'ici 2032 [1,2].

La viscose gagne en popularité grâce à la demande croissante de mode durable. Ses qualités douces, respirantes et absorbantes en font une alternative confortable et écologique au coton et au polyester.

Lors de la première étape de production, la pulpe de bois est immergée dans de l'hydroxyde de sodium (NaOH) pour la transformer en cellulose alcaline (figure 1). Après le pressage et le déchetage, la cellulose alcaline est vieillie pour se dépolymériser. Une solution de disulfure de carbone (CS₂) est ajoutée pour former du xanthate de cellulose. Les miettes obtenues sont dissoutes dans du NaOH pour obtenir une solution visqueuse appelée viscose.

Après maturation, filtrage et dégazage, la solution de viscose est pompée sous pression à travers des filières métalliques immergées dans un bain d'essorage. Le bain d'essorage contient de l'acide sulfurique (H₂SO₄) pour acidifier le xanthate de cellulose, du sulfate de sodium (Na₂SO₄) pour une coagulation rapide et du sulfate de zinc (ZnSO₄) pour réticuler les molécules de cellulose.

Il est possible de fabriquer de nombreux types de fibres de viscose en modifiant les conditions du processus et en ajoutant des produits chimiques. Les étapes finales sont l'étirage, le lavage et le blanchiment.

Pour optimiser le processus de filage humide (figure 1, étoile violette), il est essentiel de mesurer la concentration d'acide et de zinc 24 heures sur 24, 7 jours sur 7. Traditionnellement, le soufre total et le soufre sous-produit ont été quantifiés par un processus gravimétrique laborieux impliquant la précipitation du sulfate [3]. Cependant, l'expertise technique, le temps et l'espace requis pour cette méthode ont limité son application pratique. La mise en œuvre de techniques analytiques rapides et fiables est donc essentielle pour un contrôle efficace des processus.

Metrohm Process Analytics propose plusieurs options pour mesurer les composants chimiques critiques dans le bain d'essorage de la viscose. Le **2060 TI Process Analyzer** (figure 2) est intégré pour mesurer simultanément la concentration d'acide sulfurique et de zinc. Cet analyseur joue un rôle essentiel dans le contrôle en boucle fermée. Cela permet d'augmenter le débit et le rendement du produit tout en minimisant la consommation de produits chimiques.

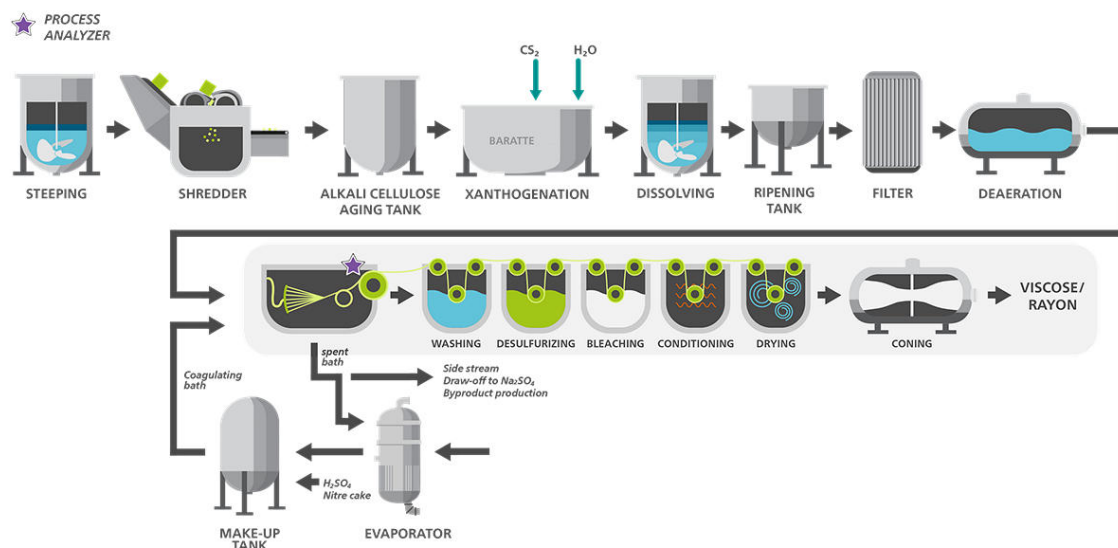


Figure 1. Illustrated process diagram of viscose (rayon) production (adapted from [4]).

APPLICATION

L'acide sulfurique et le sulfate de zinc sont analysés respectivement par titrage potentiométrique et par mesure colorimétrique. L'analyseur de processus 2060 TI peut effectuer les deux analyses simultanément : titrage potentiométrique pour H_2SO_4 et mesure colorimétrique pour $ZnSO_4$. Les résultats sont automatiquement validés par rapport à des solutions étalons connues afin de garantir le respect des limites de contrôle prédéfinies (voir **tableau 1**). Pour l'analyse d'un seul paramètre, l'analyseur de processus 2035 est disponible en deux versions dédiées : Potentiométrique pour H_2SO_4 et Photométrique pour $ZnSO_4$.



Figure 2. The 2060 TI Process Analyzer for monitoring critical chemicals used in viscose/rayon production.

Table 1. Paramètres du processus de filage humide de la viscose et plages de concentration.

Paramètres	[g/L]
H ₂ SO ₄	0–180
ZnSO ₄	2.5–2.8

REMARQUES

D'autres techniques analytiques peuvent être utilisées pour optimiser le processus de filage humide. Par exemple, la fluorescence X (XRF) peut fournir un contrôle en temps réel des éléments traces tels que le zinc dans la solution de filage. La précision de la mesure de la concentration en zinc est cruciale, car

elle peut fluctuer en raison de facteurs tels que la durée de la mesure, les interférences de fond, la sensibilité du détecteur et la préparation de l'échantillon. L'analyseur de processus 2060 XRF de Metrohm Process Analytics est parfaitement capable de réaliser cette analyse en ligne.

CONCLUSION

Le Metrohm Process Analytics 2060 TI Process Analyzer et le 2035 Process Analyzer - Potentiometric permettent de déterminer la concentration d'acide sulfurique et de sulfate de zinc dans le processus de

production de viscose. Cela permet d'optimiser la production, d'améliorer la qualité de la viscose et du rayonne et de réduire la consommation de produits chimiques.

RÉFÉRENCES

[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-](https://www.fortunebusinessinsights.com/viscose-staple-fiber-market-105431)

[staple-fiber-market-105431](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

NOTES D'APPLICATION CONNEXES

AN-PAN-1004 ABC Titration: Analysis of alkali, carbonate, hydroxide, and sulfide in pulping liquors

AN-PAN-1011 Determination of permanganate

absorption number (PAN)

AN-PAN-1035 Automated online analysis of indigo, hydrosulfite, and other parameters in textile dye baths

AVANTAGES DE L'ANALYSE EN LIGNE

- Optimisez la qualité de vos produits et augmentez vos bénéfices grâce à des temps de réponse rapides aux variations de processus.
- **Diagnostics entièrement automatisés** - alarmes automatiques lorsque les échantillons ne respectent pas les paramètres spécifiés.
- **Évitez les coûts inutiles** en mesurant simultanément plusieurs paramètres dans votre processus.



CONTACT

Metrohm France
13, avenue du Québec - CS
90038
91978 VILLEBON
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr

CONFIGURATION



2060 Process Analyzer

Le 2060 Process Analyzer est un appareil d'analyse par voie humide online adapté à un grand nombre d'applications. Cet appareil d'analyse de processus propose un nouveau concept de modularité reposant sur une plate-forme centrale, dénommée « armoire de base ».

Cette armoire de base se compose de deux parties. La partie supérieure contient un écran tactile et un PC industriel. La partie inférieure contient la partie humide flexible dans laquelle est logé le matériel nécessaire à l'analyse en elle-même. Si la capacité de base de la partie humide n'est pas suffisante pour résoudre un problème d'analyse, vous pouvez ajouter jusqu'à quatre armoires de partie humide supplémentaires à cette armoire de base afin de disposer de suffisamment d'espace pour résoudre les applications les plus difficiles. Les armoires supplémentaires sont configurables de manière à ce que chaque armoire pour partie humide puisse être combinée à une armoire à réactifs avec détection de niveau intégrée (sans contact) afin d'augmenter la disponibilité de l'appareil d'analyse.

Le 2060 Process Analyzer propose différentes techniques de chimie par voie humide : le titrage, le titrage Karl Fischer, la photométrie, la mesure directe et des méthodes d'addition standard.

Pour répondre à toutes les exigences de projet (ou à tous vos besoins), des systèmes de préconditionnement d'échantillons peuvent être fournis afin de garantir une solution analytique robuste. Nous pouvons pour ainsi dire fournir tout système de pré-conditionnement d'échantillon, tels que refroidissement ou chauffage, réduction de la pression, dégazage, filtration et bien plus encore.



2035 Process Analyzer – Potentiométrie

Le 2035 Process Analyzer pour titrage potentiométrique et mesures sélectives d'ions réalise des analyses avec des électrodes et des titrants dédiés. De plus, cette version du 2035 Process Analyzer convient également à l'analyse sélective d'ions à l'aide d'électrodes haute performance de Metrohm. Cette technique précise d'addition standard est idéale pour des matrices d'échantillons qui s'avèrent plus difficiles.

La version potentiométrique de l'appareil d'analyse délivre des résultats plus précis que toutes les techniques de mesure disponibles sur le marché. Avec largement plus de 1 000 applications déjà disponibles, le titrage est l'une des méthodes les plus utilisées dans pratiquement tous les secteurs industriels pour l'analyse de centaines de composants qui varient de l'analyse acide/base aux concentrations de métaux dans les bains galvaniques.

Le titrage est l'une des méthodes chimiques absolues les plus répandues en usage aujourd'hui. Cette technique est directe et ne requiert aucun calibrage.

Quelques options de titrage disponibles pour cette configuration :

- Titrage potentiométrique
- Titrage colorimétrique avec la technologie à fibre optique
- Détermination de l'humidité basée sur la méthode de titrage Karl Fischer