



Application Note AN-NIR-114

# Bestimmung von ROZ, Aromaten, Benzol, Olefinen und Dichte in Reformat mittels NIRS

## Multiparameter-Analyse mit Ergebnissen innerhalb einer Minute

Raffinerien nutzen den katalytischen Reformierungsprozess, um Reformat mit hoher Oktanzahl herzustellen. Dieses Reformat wird für Premium-Benzinmischungen oder petrochemische Rohstoffe verwendet. Die Bestimmung der wichtigsten Qualitätsparameter von Reformat – nämlich Research-Oktanzahl (ROZ, ASTM D2699), Aromatengehalt (ASTM D5769), Benzolgehalt, Olefingehalt und Dichte – erfordert zeitaufwändige

und aufwändige konventionelle Methoden.

Im Gegensatz dazu können alle diese Parameter (und mehr) durch Nahinfrarotspektroskopie (NIR) gemessen werden. Der Metrohm DS2500 Liquid Analyzer arbeitet im sichtbaren und nahinfraroten Spektralbereich (Vis-NIR) und liefert Ergebnisse innerhalb einer Minute ohne jegliche Probenvorbereitung.

## EXPERIMENTELLE GERÄTE

507 verschiedene Reformatproben wurden auf dem Metrohm DS2500 Liquid Analyzer gemessen (Abbildung 1). Alle Messungen wurden im Transmissionsmodus von 400–2500 nm unter Verwendung von 8-mm-Einwegvials durchgeführt. Die Temperaturregelung des Analysators wurde für

alle Messungen auf 35 °C eingestellt, um eine konstante Leistung und Datenqualität zu gewährleisten. Die Datenerfassung und Vorhersagemodellentwicklung wurde mit dem Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete durchgeführt.



**Abbildung 1.** Metrohm DS2500 Flüssigkeitsanalysator zur Bestimmung der Research-Oktanzahl (ROZ), Aromaten, Benzol, Olefine und Dichte in Reformat.

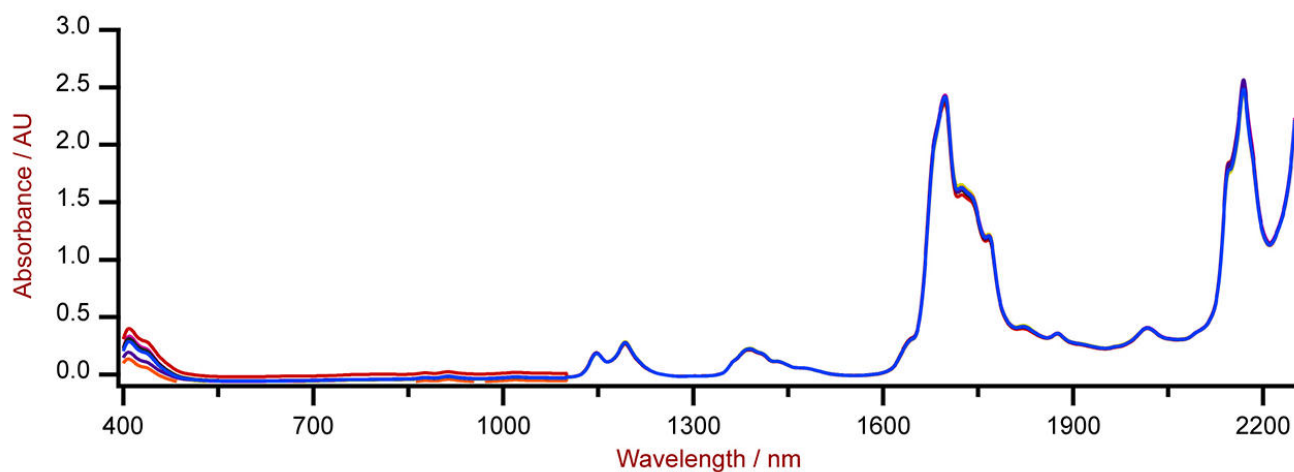
**Tabelle 1.** Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung.

| Gerät                              | Artikelnummer |
|------------------------------------|---------------|
| DS2500 Liquid Analyzer             | 2.929.0010    |
| DS2500 Halter für 8 mm Einwegvials | 6.7492.020    |
| Vision Air 2.0 Complete            | 6.6072.208    |

## ERGEBNIS

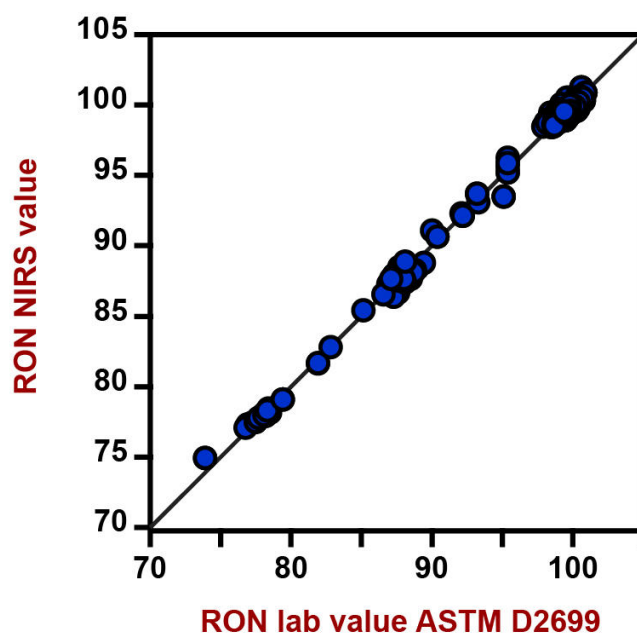
Die gemessenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um ein Vorhersagemodell zur Quantifizierung aller fünf Parameter zu erstellen. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen bewertet, die eine hohe Korrelation aufweisen ( $R^2 > 0,98$ ) zwischen der Vis-

NIR-Vorhersage und den Referenzmethoden für alle Parameter. Die jeweiligen Gütezahlen (FOM) zeigen die erwartete Präzision und bestätigen die Machbarkeit in der Routineanalyse (**Abbildungen 3–7**).



**Abbildung 2.** Auswahl von Vis-NIR-Spektren von Reformatproben, die auf einem Metrohm DS2500 Liquid Analyzer mit 8-mm-Vials analysiert wurden.

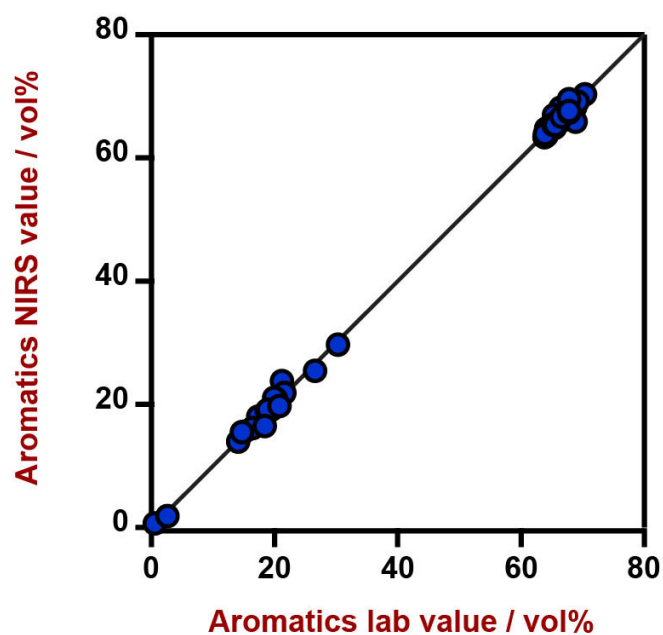
## ERGEBNIS ROZ-WERT



**Abbildung 3.** Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des ROZ-Werts mit einem DS2500-Flüssigkeitsanalysator. Der Laborwert wurde gemäß ASTM D2699 bewertet.

| Leistungsmerkmale                   | Wert  |
|-------------------------------------|-------|
| $R^2$                               | 0.996 |
| Standardfehler der Kalibrierung     | 0.34  |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0.36  |

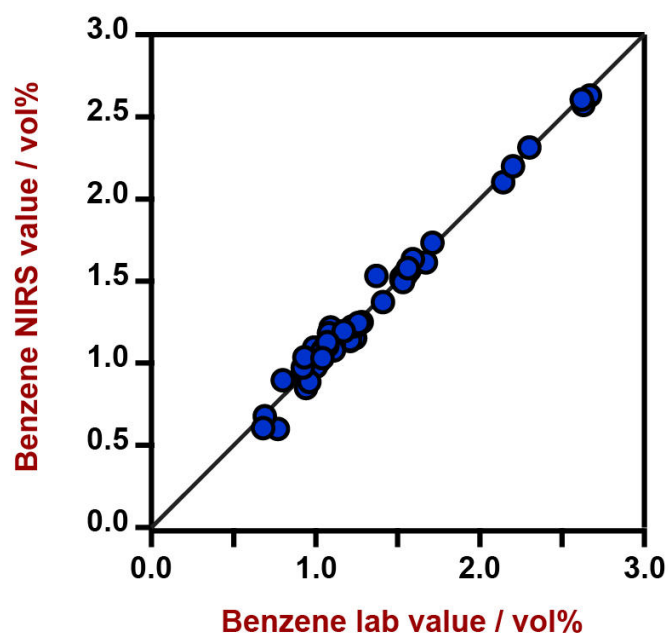
## ERGEBNIS AROMATENGEHALT



**Abbildung 4.** Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Aromatengehalts mit einem DS2500-Flüssigkeitsanalysator. Der Laborwert wurde mittels Gaschromatographie (GC) ausgewertet.

| Leistungsmerkmale                   | Wert        |
|-------------------------------------|-------------|
| $R^2$                               | 0.999       |
| Standardfehler der Kalibrierung     | 0,88 Vol.-% |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0,91 Vol.-% |

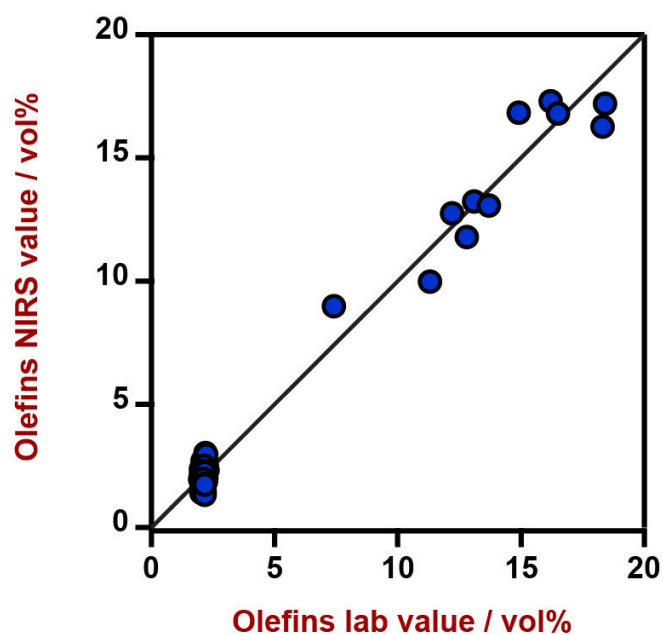
## ERGEBNIS BENZOLGEHALT



**Abbildung 5.** Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Benzolgehalts mit einem DS2500-Flüssigkeitsanalysator. Der Laborwert wurde mittels Gaschromatographie (GC) ausgewertet.

| Leistungsmerkmale                   | Wert         |
|-------------------------------------|--------------|
| $R^2$                               | 0.984        |
| Standardfehler der Kalibrierung     | 0,066 Vol.-% |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0,088 Vol.-% |

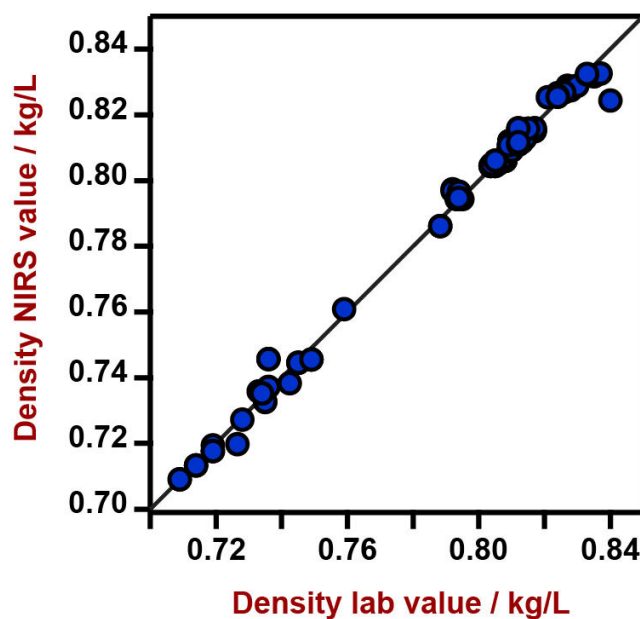
## ERGEBNIS OLEFINANTEIL



**Abbildung 6.** Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Olefingehalts mit einem DS2500-Flüssigkeitsanalysator. Der Laborwert wurde mittels Gaschromatographie (GC) ausgewertet.

| Leistungsmerkmale                   | Wert        |
|-------------------------------------|-------------|
| $R^2$                               | 0.982       |
| Standardfehler der Kalibrierung     | 0,71 Vol.-% |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0,87 Vol.-% |

## ERGEBNIS DICHTEWERT



**Abbildung 7.** Korrelationsdiagramm und die jeweiligen Gütezahlen für die Vorhersage des Benzolgehalts mit einem DS2500-Flüssigkeitsanalysator. Der Laborwert wurde mit einem Dichtemessgerät ermittelt.

| Leistungsmerkmale                   | Wert        |
|-------------------------------------|-------------|
| $R^2$                               | 0,993       |
| Standardfehler der Kalibrierung     | 0,0029 kg/L |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0,0034 kg/L |

## FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Eignung des Metrohm DS2500 Liquid Analyzer für die Bestimmung von ROZ, Aromatengehalt, Benzolgehalt, Olefingehalt und Dichte in Reformatproben. Im Vergleich zu herkömmlichen Methoden ermöglicht die Vis-NIR-

Spektroskopie eine schnelle Bestimmung (Tabelle 2) ohne Probenvorbereitung. Durch Zeiteinsparungen sowie die Reduzierung des Chemikalienverbrauchs und der Abfallmenge werden erhebliche Gewinne erzielt.

**Tabelle 2.** Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis der Parameter ROZ, Aromatengehalt, Benzolgehalt und Olefingehalt nach Standardmethoden.

| Parameter           | Methode            | Zeit zum Ergebnis    |
|---------------------|--------------------|----------------------|
| ROZ                 | CFR-Motortest      | 30 Minuten pro Probe |
| Aromatischer Inhalt | Gaschromatographie | 45 Minuten pro Probe |
| Benzolgehalt        | Gaschromatographie | 45 Minuten pro Probe |
| Olefingehalt        | Gaschromatographie | 45 Minuten pro Probe |

## CONTACT

Metrohm Schweiz AG  
Industriestrasse 13  
4800 Zofingen

[info@metrohm.ch](mailto:info@metrohm.ch)

## KONFIGURATION



### DS2500 Liquid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Liquid Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, und Vibrationen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 Liquid Analyzer deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab, heizt Proben bis auf 80°C hoch und ist kompatibel mit verschiedenen Einwegvials und Quartzküvetten. Der somit auf Ihre individuellen Probenanforderungen anpassbare DS2500 Liquid Analyzer unterstützt Sie genaue und reproduzierbare Ergebnisse in weniger als einer Minute zu erhalten. Mit Hilfe der integrierten Probenhaltererkennung und der selbsterklärenden Vision Air Software wird ausserdem eine einfache und sichere Bedienung durch den Anwender gewährleistet.

Im Falle grösserer Probenmengen kann die Produktivität durch den Einsatz einer Durchflussszelle in Kombination mit einem Metrohm Probenroboter erheblich gesteigert werden.



### DS2500 Halter für 8 mm Einwegvials

Intelligenter Halter für die Einwegvials aus Glas mit 8 mm Durchmesser



## Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Universelle Spektroskopie Software.

Vision Air Complete ist eine moderne und einfach zu bedienende Softwarelösung für den Einsatz im regulierten Umfeld.

Die Vorteile von Vision Air im Überblick:

- Individuelle Softwareanwendungen mit angepassten Nutzeroberflächen gewährleisten eine intuitive und einfache Bedienung
- Einfache Erstellung und Wartung von Arbeitsvorschriften
- SQL Datenbank für ein sicheres und einfaches Datenmanagement

Die Version Vision Air Complete (66072208) beinhaltet alle Anwendungen für die Qualitätssicherung mittels Vis-NIR Spektroskopie:

- Anwendung für das Instrumenten- und Datenmanagement
- Anwendung für die Methodenentwicklung
- Anwendung für die Routineanalyse

Weitere Vision Air Complete Lösungen:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)