



Application Note AN-PAN-1047

Inline-Überwachung des Wassergehalts in Raffinerie-Produkten mit NIR-Spektroskopie

Rohöl besteht aus mindestens 500 verschiedenen Bestandteilen. Es wird durch mehrere Prozessschritte, wie der Fraktionierung und Raffination, zu zahlreichen Produkten verarbeitet. Dazu zählen beispielsweise Flüssiggas, Benzin, Diesel, Heizöl und Schmierstoffe. Jüngsten Prognosen zufolge wird die Nachfrage nach Rohöl bis zum Jahr 2025 auf 113 Millionen Barrel pro Tag steigen [1].

Diese wichtige Ressource wird in zahlreichen Anwendungen und Lebensbereichen eingesetzt. Rohöl dient beispielsweise als Ausgangsstoff zur Herstellung von Kunststoffen, Textilien, Farbstoffen, Kosmetika, Düngemitteln, Reinigungsmitteln, Baumaterialien, Arzneimitteln und vielem mehr.

EINFÜHRUNG

In einer Raffinerie wird ankommendes Rohöl entsalzt und anschließend über eine atmosphärische oder Rohöl-Destillationsanlage (auch Destillationsturm oder CDU genannt) je nach Siedetemperatur in verschiedene Fraktionen und Zwischenprodukte getrennt. Die Qualität der Fraktionen aus der CDU muss ständig überwacht werden.

Um die hohe Nachfrage nach Benzin sicherzustellen, werden die schwereren Nebenfraktionen aus der CDU reformiert und abgetrennt, um den Anteil der leichteren Zwischenprodukte zu erhöhen und so den Benzinanteil zu steigern. Die Kopfdestillatfraktion Naphtha (ein Gemisch aus C5- bis C10-Kohlenwasserstoffen) besteht aus relativ leichten Komponenten und wird als Rohstoff an Ethylenanlagen geleitet (**Abbildung 1**).

Die CDU muss jederzeit effizient agieren, allerdings enthält das Rohprodukt einen hohen Anteil an Verunreinigungen, die während des gesamten Raffinierungsprozesses zu Korrosion und Verschmutzung der Anlage führen können. Zu den Betriebsbedingungen, die ebenfalls Einfluss auf Verschmutzungsgrad und damit auf die Korrosion haben, gehören die Temperatur des Rohölkolonnenkopfs, des Rohöls und des Rückflusses sowie das Waschwasser und der Dampfwassergehalt im Kolonnenkopf.

In dieser Application Note wird eine Methode für die "Echtzeit"-Überwachung des Wassergehalts in Rohöl bzw. Raffinerie-Produkten vorgestellt. Um die Sicherheit, Zuverlässigkeit und optimale Fahrweise der Prozesse und Qualität der Endprodukte zu gewährleisten, wird ein explosionsgeschützter 2060 *The NIR Analyzer* von Metrohm Process Analytics für die kontinuierliche Inline-Überwachung eingesetzt. Durch den Einsatz werden manuelle Eingriffe in den Prozess minimiert und die Produktqualität zu jedem Zeitpunkt sichergestellt, was letztlich zu einer quantifizierbaren Gewinnsteigerung und maximalen Prozesseffizienz führt.

Wasser extrahiert die im Rohöl vorhandenen Säuren und Amine (weitere Informationen siehe [AN-PAN-1001](#)). Dieses verdampfte Wasser kondensiert als Rücklaufflüssigkeit, die innerhalb der Kolonne hinunterfließt. Die dabei entstehenden erhitzten Salze lagern sich auf den Kolonnenböden ab und sammeln sich mit der Zeit an. Der dadurch entstehende Druckabfall führt zu einem Verlust an Effizienz und der Destillationskolonne und damit zu erheblichen Gewinneinbußen.

Die Bestimmung des Wassergehalts in Rohöl, raffinierten Erdölprodukten, Naphtha, Kraftstoffen, Biokraftstoffen, Schmierstoffen und anderen verwandten Produkten ist wichtig, um die Produktqualität zu sichern, die Produktspezifikationen zu erfüllen, die Werte zu schützen und die Prozesse zu optimieren. Die Überwachung des Wassergehalts ermöglicht es der Raffinerie, Korrosion und Schäden an der Infrastruktur, die durch einen unerwünschten Feuchtigkeitsgehalt entstehen können, zu vermeiden und die Prozesssicherheit zu erhöhen. In der Regel wird die Bestimmung des Wassergehalts in Naphtha-Fractionen mit einer Referenzmethode (z.B. Karl-Fischer-Titration, ebenfalls von Metrohm) durchgeführt, die mehrere Reagenzien erfordert und zeitintensiv ist. Eine sicherere und schnellere Methode zur Überwachung des Wassergehalts in CDU-

EINFÜHRUNG

Die Nahinfrarotspektroskopie ist wirtschaftlich, schnell und ermöglicht qualitative und quantitative Analysen über den Prozess. Mit nur einer Analyse können in Sekundenschnelle eine Vielzahl von Parametern gleichzeitig bestimmt werden. NIRS ist eine unverzichtbare Analysetechnik, die entlang der gesamten Produktionskette eingesetzt werden kann – von der Wareneingangskontrolle über die Produktion, bis hin zur Qualitätsendkontrolle der Produkte.

Metrohm Process Analytics hat speziell für den Einsatz in der Prozessumgebung den 2060 *The* NIR Analyzer entwickelt, der "Echtzeit"-Spektraldaten aus dem Prozess sammelt und Ergebnisse rund um die Uhr zur Verfügung stellt. Die Spektren werden mit einer primären Methode (z. B. Karl-Fischer-Titration) verglichen und daraus einfache und robuste Kalibriermodell zur Überwachung von Qualitätsparametern im Prozess in nahezu Echtzeit erstellt. Die Kalibriermodelle werden im Prozess angewendet, ohne dass ein weiterer Bedieneringriff notwendig ist. Mit dem **2060 *The* NIR-Ex Analyzer**, der für Anwendungen in ATEX-Zonen konfiguriert ist, erhalten Sie mehr Kontrolle über den Raffinationsprozess (**Abbildung 2**). Dieser Prozessanalysator ist in der Lage, mit der Multiplexer-Option bis zu fünf Messstellen pro NIR-Kabinett zu überwachen (erweiterbar auf bis zu 10 Messstellen).

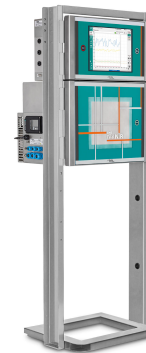


Abbildung 2. Der 2060 *The* NIR-Ex Analyzer von Metrohm Process Analytics ist für den Einsatz in explosionsgefährdeten Bereichen geeignet.

ANWENDUNG

Jede Probe wird in einer Durchflusszelle mit 2 mm Schichtdicke nach der Trocknungsphase des Naphtha gemessen. Verwendeter Wellenlängenbereich: 1800-

2100 nm. Für explosionsgeschützte Bereiche wird ein explosionsgeschützter 2060 *The* NIR-Ex Analyzer verwendet.

Tabelle 1. Typischer Konzentrationsbereich des Wassergehalts in Naphthafraktionen.

Komponente	Konzentrationsbereich (%)
Wasser	0–0.3

Modeling and comparison to Primary Method:

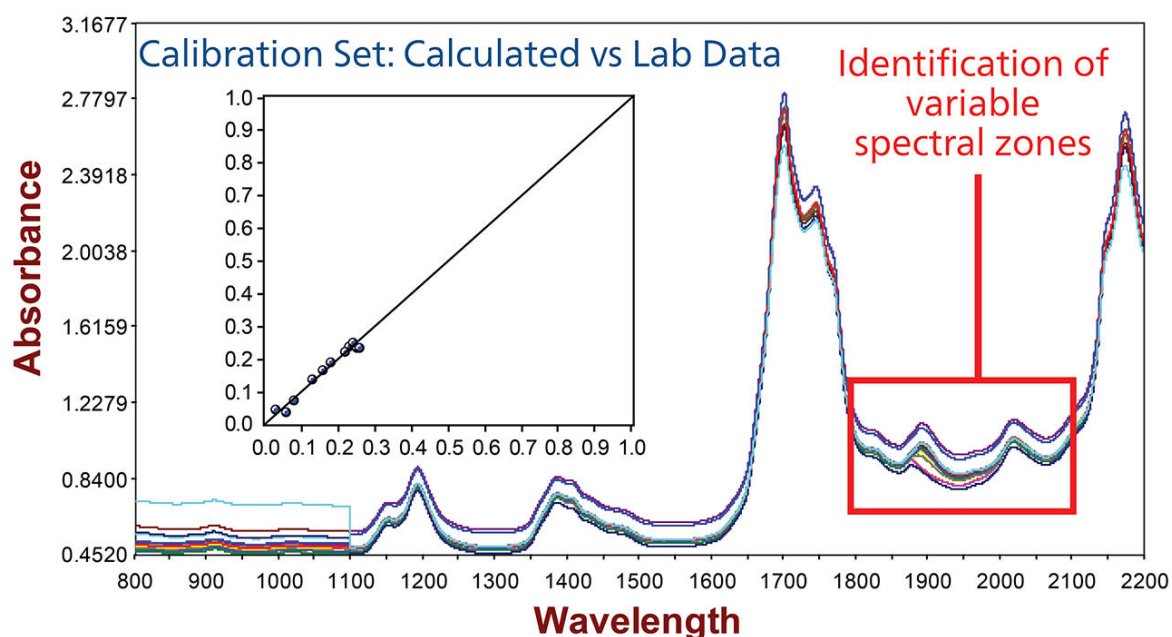


Abbildung 3. Die Korrelation der Primäranalytik (Karl-Fischer-Titration) und NIR-Spektren zeigt eine hohe Genauigkeit des Kalibriermodells an, welches im Prozess zur Vorhersage des Wassergehalts genutzt wird.

ANMERKUNGEN

Ein robustes und präzises Kalibriermodell für die NIR-Spektroskopie gewährleistet zuverlässige Analysenergebnisse im Prozess. Dazu werden Proben sowohl mit NIRS als auch mit einer Primäranalytik als Referenzmethode analysiert. Die Proben decken die

Prozessvariabilität und den Messbereich ab. Die Erstellung der Kalibriermodelle erfolgt direkt im Prozess und kann in OMNIS sehr leicht durchgeführt werden. Alternativ übernimmt Metrohm Process Analytics die chemometrische Methodenentwicklung.

FAZIT

Die genaue Überwachung des Wassergehalts in Rohöl und seinen Zwischenprodukten in einer Raffinerie ist von entscheidender Bedeutung. Verunreinigungen im Rohöl führen zu Korrosion und Verschmutzung und beeinträchtigen die Prozesssicherheit und -effizienz. Der Einsatz der reagenzienfreien NIRS bietet eine sicherere, schnellere und nicht-invasive Methode für

die kontinuierliche Qualitätssicherung. Metrohm Process Analytics bietet den 2060 The NIR-Ex Analyzer an, der speziell für explosionsgefährdete Bereiche konzipiert ist. Dieser Prozessanalysator ist ideal für die sekundenschnelle Überwachung des Wassergehalts und anderer Parameter in verschiedenen petrochemischen Produkten.

ZUGEHÖRIGE PROZESSAPPLIKATIONEN

AN-PAN-1007 Online-Analyse von Peroxid im HP-PO-Prozess

AN-NIR-025 Echtzeit-Inline-Vorhersagen der Kerosineigenschaften durch NIRS

AN-NIR-022 Qualitätskontrolle von Benzin – Schnelle Bestimmung von ROZ, MOZ, AKI, Aromatengehalt und Dichte

WEITERE DOKUMENTE ZUM THEMA

8.000.5325 Wassergehaltsanalyse

VORTEILE DER NIR-SPEKTROSKOPIE

- Optimieren Sie die Produktqualität und steigern Sie den Gewinn durch schnellere Reaktionszeiten auf Prozessschwankungen.
- Schnellere und höhere **Investitionsrentabilität**.
- Keine manuelle Probenahme erforderlich, wodurch das Personal weniger gefährlichen Chemikalien ausgesetzt wird.
- **Höhere Gewinne** durch Verringerung von Korrosion und Verschmutzung (d.h. kontrollierte Wassergehalte).



REFERENZEN

1. *OPEC : Oil Outlook to 2025*.
https://www.opec.org/opec_web/en/1091.htm
accessed 2023-10-16).

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

GERÄTEKONFIGURATION



2060 The NIR-Ex Analyzer

Der **2060 The NIR-Ex Analyzer** gehört zur nächsten Generation der Prozess-Spektroskopiegeräte von Metrohm Process Analytics. Mit seinem von innen wie aussen einzigartigen und bewährten Design liefert er alle *10 Sekunden* genaue Resultate. Er ermöglicht die zerstörungsfreie Analyse von Flüssigkeiten und Feststoffen direkt in der Prozesslinie oder in einem Reaktionsgefäß unter Verwendung von Lichtleitern und Kontaktsonden. Er ist auf den Anschluss von bis zu fünf (5) Sonden und/oder Durchflusszellen ausgelegt. Mithilfe unserer vielseitigen integrierten Software können alle fünf Kanäle unabhängig voneinander konfiguriert werden.

Darüber hinaus ist dieses Analysengerät nach IECEx zertifiziert und erfüllt die ATEX-Richtlinie der EU. Es verfügt über ein zugelassenes Entlüftungs-/Drucksystem sowie eigensichere Elektronik, damit keine explosionsgefährdeten Dämpfe oder Gase aus der Umgebungsluft in das Gehäuse des Analysengeräts eindringen. Zudem ist es in drei weiteren Gerätevarianten erhältlich: **2060 The NIR Analyzer**, **2060 The NIR-R Analyzer** und **2060 The NIR-REx Analyzer**.