



Application Note AN-NIR-080

Qualitätskontrolle von Diesel

Schnelle und einfache Bestimmung von Cetanindex, Flammpunkt, CFPP, D95 und Viskosität mit NIRS

ZUSAMMENFASSUNG

Der Cetan-Index (ASTM D613), der Flammpunkt (ASTM D56), der CFPP-Punkt (ASTM D6371), D95 (ISO 3405) und die Viskosität bei 40 °C (ISO 3104) sind wichtige Parameter für die Bestimmung der Dieselqualität. Die primären Testmethoden sind arbeitsintensiv und anspruchsvoll, da verschiedene Analysemethoden verwendet werden müssen. Diese Application Note zeigt, dass der XDS RapidLiquid

Analyzer, der im sichtbaren und nahen Infrarot-Spektralbereich (Vis-NIR) arbeitet, eine **kosteneffiziente** und **schnelle** Lösung für die **gleichzeitige Bestimmung** dieser Schlüsselparameter in Diesel bietet. Die Vis-NIR-Spektroskopie ermöglicht die Analyse von Diesel in **weniger als einer Minute** ohne **Probenvorbereitung** oder Verwendung chemischer Reagenzien.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

Dieselp Proben wurden im Transmissionsmodus mit einem XDS RapidLiquid Analyzer (RLA) über den gesamten Wellenlängenbereich (400-2500 nm) gemessen. Die eingebaute temperaturgesteuerte Probenkammer war auf 30 °C eingestellt, um eine stabile Probenumgebung zu gewährleisten. Aus Gründen der Einfachheit wurden Einwegfläschchen mit einer Schichtdicke von 8 mm verwendet, was ein Reinigungsverfahren überflüssig machte. Das Metrohm-Softwarepaket Vision Air Complete wurde für die Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.



Abbildung 1. XDS RapidLiquid Analyzer mit 8-mm-Einwegfläschchen, gefüllt mit einer Dieselp Probe.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

| Ausrüstung | Metrohm-Nummer |
|--|----------------|
| XDS RapidLiquid Analyzer | 2.921.1410 |
| Einwegfläschchen, 8 mm Durchmesser, Transmission | 6.7402.000 |
| Vision Air 2.0 Complete | 6.6072.208 |

ERGEBNISSE

Die erhaltenen Vis-NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden zur Erstellung von Vorhersagemodellen für die Bestimmung der wichtigsten Dieselp Parameter verwendet. Die Qualität der Vorhersagemodelle wurde anhand von Korrelationsdiagrammen

bewertet, die die Korrelation zwischen der Vis-NIR-Vorhersage und den Werten der Primärmethode darstellen. Die jeweiligen Leistungszahlen (FOM) zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage während der Routineanalyse.

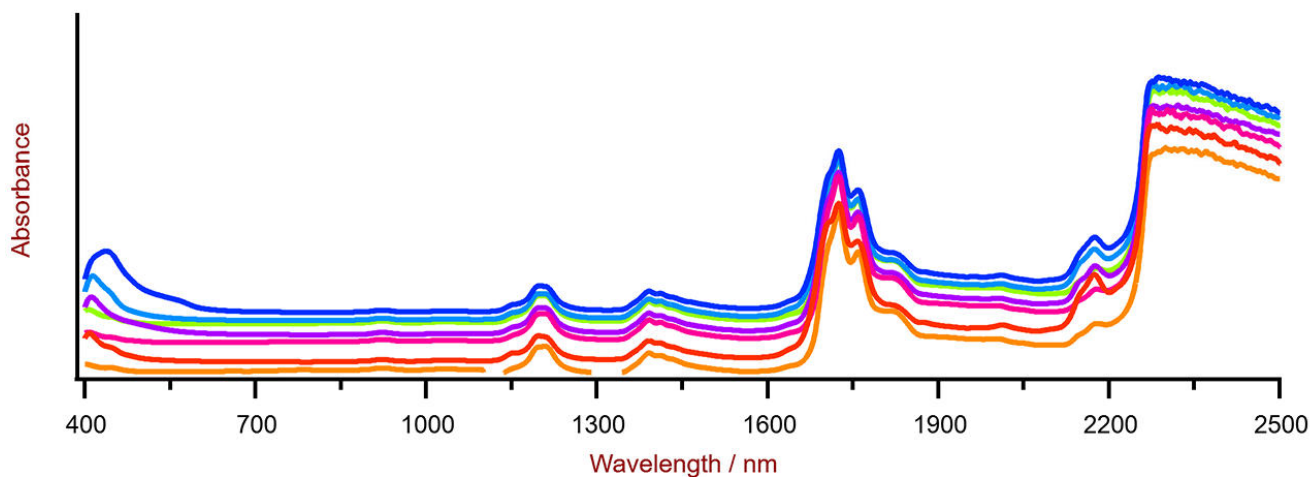


Abbildung 2. Auswahl von Diesel-Vis-NIR-Spektren, die mit einem XDS RapidLiquid Analyzer und 8-mm-Einwegfläschchen gewonnen wurden. Aus Darstellungsgründen wurde ein Spektrren-Offset angewendet.

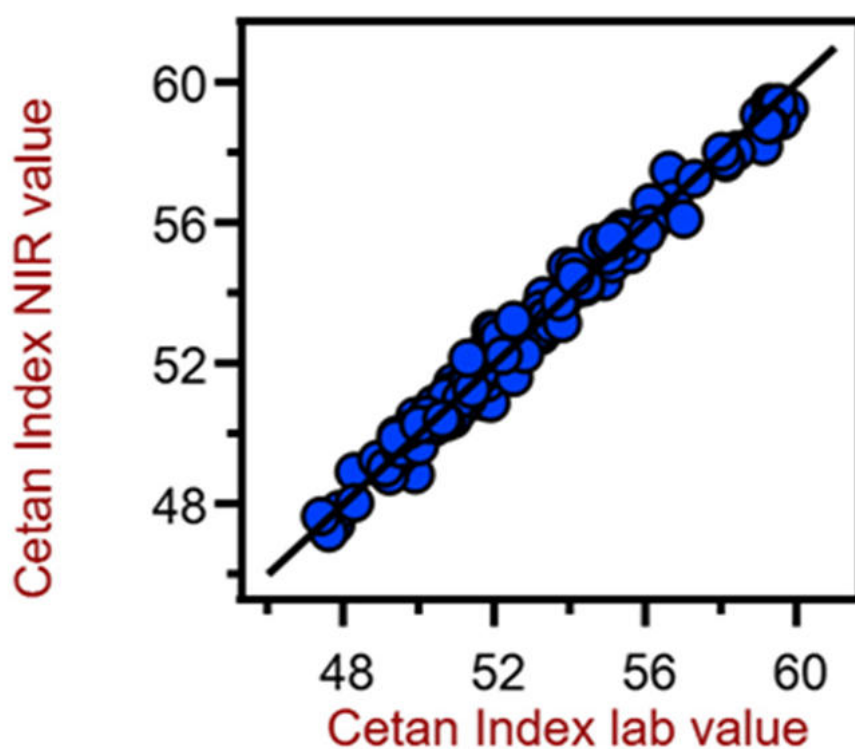


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Cetanindex mit einem XDS RapidLiquid Analyzer. Der Laborwert des Cetanindex wurde über die Dichte und den Destillationsbereich berechnet.

Tabelle 2. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Cetan-Indexes unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|-------|
| R^2 | 0,991 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 0,093 |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0,143 |

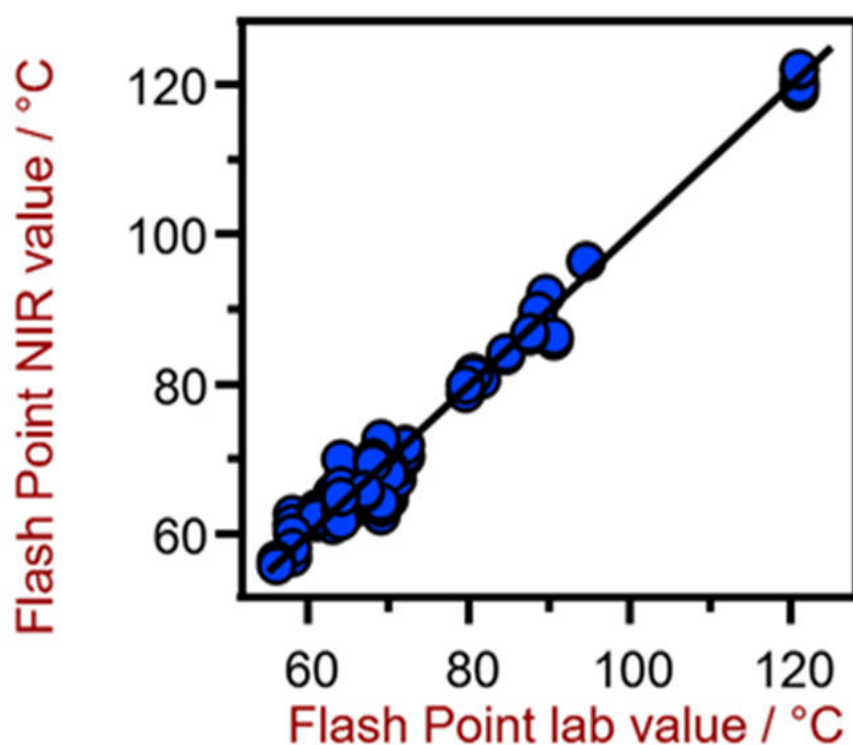


Abbildung 4. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des Flammpunkts mit einem XDS RapidLiquid Analyzer. Der Flammpunkt-Laborwert wurde mit einem speziellen Flammpunkt-Analysator ermittelt.

Tabelle 3. Leistungskennzahlen für die Vorhersage des Flammpunktes unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|---------|
| R^2 | 0,977 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 2,22 °C |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 2,50 °C |

ERGEBNISSE

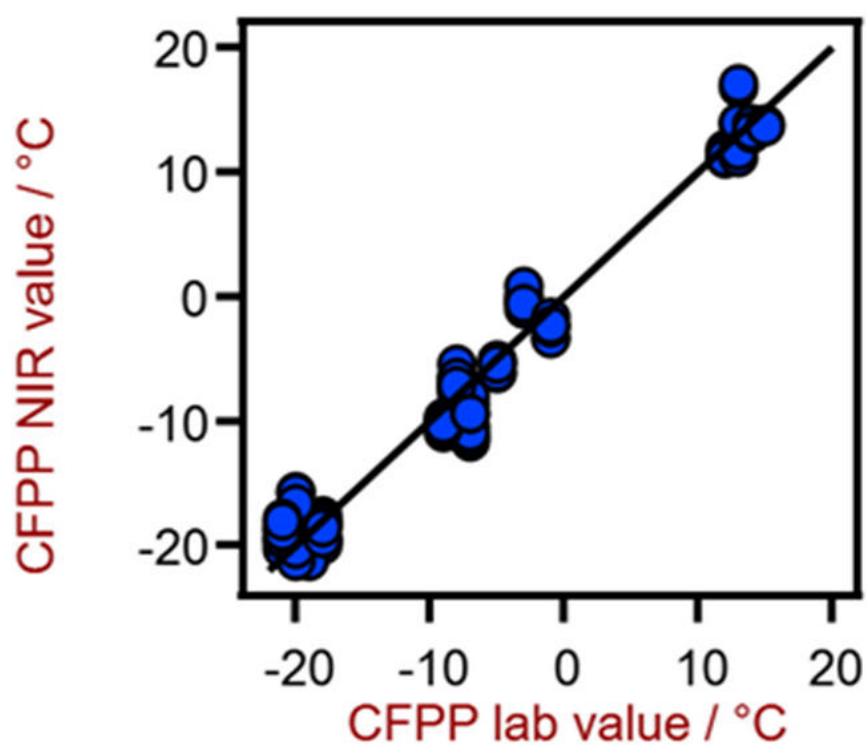


Abbildung 5. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage von CFPP mit einem XDS RapidLiquid Analyzer. Der Laborwert wurde mit Durchflussmessern ausgewertet.

Tabelle 4. Leistungskennzahlen für die Vorhersage von CFPP unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|---------|
| R^2 | 0,973 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 1,99 °C |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 2,24 °C |

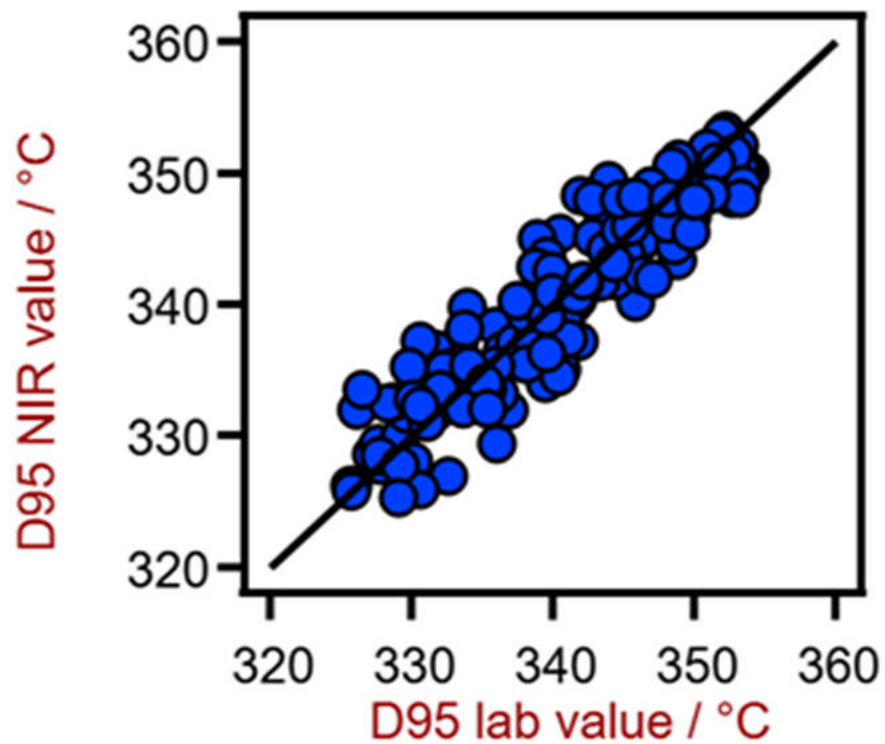


Abbildung 6. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage des D95-Wertes mit einem XDS RapidLiquid Analyzer. Der D95-Laborwert wurde durch Destillation ermittelt.

Tabelle 5. Leistungskennzahlen für die Vorhersage von D95 unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|---------|
| R^2 | 0,861 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 3,07 °C |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 3,47 °C |

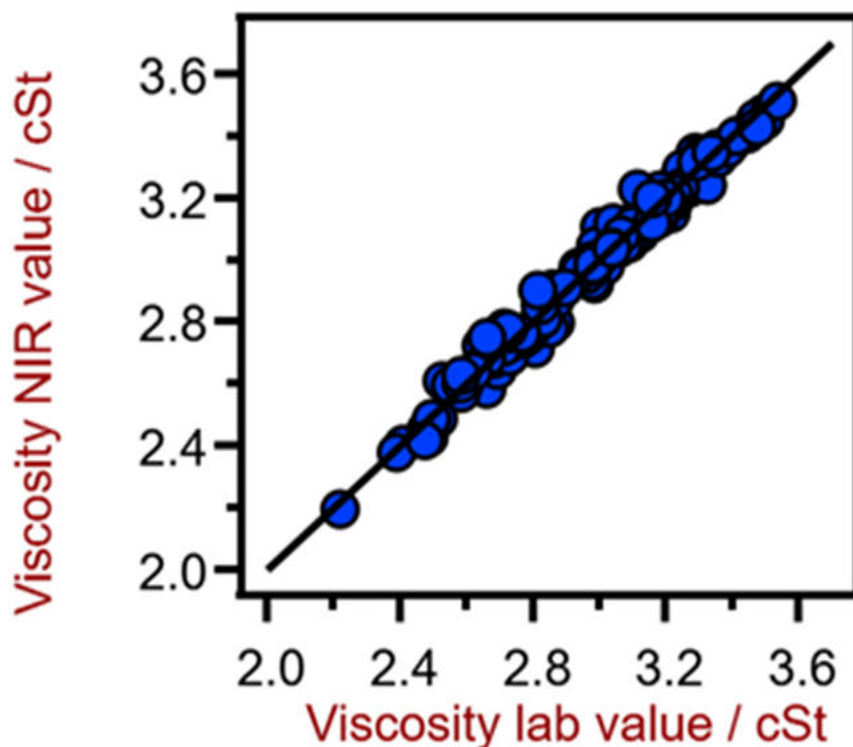


Abbildung 7. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage der Viskosität bei 40 °C unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers. Der Viskositätslaborwert wurde mittels Viskosimetrie ausgewertet.

Tabelle 6. Leistungskennzahlen für die Vorhersage der Viskosität bei 40 °C unter Verwendung eines XDS RapidLiquid Analyzers.

| Leistungsmerkmale | Wert |
|-------------------------------------|-----------|
| R^2 | 0,983 |
| Standardfehler der Kalibrierung | 0,038 cSt |
| Standardfehler der Kreuzvalidierung | 0,047 cSt |

FAZIT

Diese Studie zeigt die Machbarkeit der NIR-Spektroskopie für die Analyse der wichtigsten Parameter von Dieselp Proben. Im Vergleich zu den Standardmethoden ist **keine Probenvorbereitung erforderlich**. Die Proben werden so analysiert, wie sie sind, was eine einfache Handhabung der NIR-

Spektroskopie ermöglicht. Um die Informationen zu allen Schlüsselparametern zu sehen und um die neuesten Informationen zu erhalten, schauen Sie sich bitte unsere Vorkalibrierungen an:

[Vorkalibrierungen](#)

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at



NIRS XDS RapidLiquid Analyzer

Schnelle, präzise Analysen von Flüssigkeiten und Suspensionen aller Art.

Der NIRS XDS RapidLiquid Analyzer ermöglicht schnelle, präzise Analysen von flüssigen Rezepturen und Substanzen. Präzise Messergebnisse auf Knopfdruck machen den NIRS XDS RapidLiquid Analyzer zu einer ebenso zuverlässigen wie einfachen Lösung für die Qualitätskontrolle in Labor und Prozess. Die Proben werden in mehrfach verwendbaren Quarzküvetten oder Einwegvials aus Glas vorgelegt; eine temperierte Probenkammer sorgt für reproduzierbare Analysenbedingungen und somit für genaue Messergebnisse.



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)