

Application Note AN-NIR-096

# Wasser im Diesel mit NIRS

## Feuchte im Dieselkraftstoff sekundenschnell ermitteln mittels NIR-Spektroskopie

Kraftstoffe können bei der Herstellung, beim Transport und bei der Lagerung Spuren von Wasser aufnehmen. Ein übermäßiger Wassergehalt in Kraftstoffen führt zu verschiedenen Problemen. So fördert beispielsweise ein hoher Wassergehalt in Dieselkraftstoff das biologische Wachstum in Lagertanks, was zu Metallkorrosion und zur Bildung von Schlamm und Biofilmen führen kann. Dies wiederum verstopft die Filter in den Kraftstoffsystemen und führt zu Schäden an den Dieselmotoren.

Die Standardspezifikation für die Qualität von Dieselkraftstoff umfasst mehrere Parameter, wobei gelöstes Wasser der größte Risikofaktor ist. Nach Angaben des Europäischen Komitees für Normung liegt die maximal zulässige Wassermenge in Dieselkraftstoff für die Vermarktung bei 200 mg/L (ppm) (EN 590). Normalerweise wird dieser Wert durch Karl-Fischer-Titration (KF) bestimmt, doch diese Methode erfordert Chemikalien und dauert etwa fünf Minuten. Diese Application Note beschreibt, wie die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) eine schnellere und kostengünstigere Alternative zur KF-Titration für die **Vorhersage des Wassergehalts** in Dieselkraftstoff darstellt.

## EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

Proben von Diesel mit unterschiedlichem Wassergehalt (von 66 bis 362 mg/L) wurden mit einem OMNIS NIR Analyzer Liquid in Transmission (1000-2250 nm) gemessen. Eine reproduzierbare Aufnahme der Spektren wurde durch die eingebaute Temperaturkontrolle erreicht. Zur Vereinfachung wurden Einweggefäße mit einer Schichtdicke von 8 mm verwendet, was die Reinigung der Probengefäße überflüssig machte. Die OMNIS-Software wurde für die gesamte Datenerfassung und die Entwicklung von Vorhersagemodellen verwendet.



**Abbildung 1.** OMNIS NIR Analyzer und eine in ein Einwegfläschchen gefüllte Probe.

**Tabelle 1.** Übersicht über Hard- und Softwareausstattung.

| Ausrüstung | Artikelnummer |
|---|---|
| OMNIS NIR Analyzer Liquid | 2.1070.0010 |
| Halter OMNIS NIR, Vial, 8 mm | 6.07401.070 |
| Einwegvials, 8 mm, Transmission | 6.7402.240 |
| OMNIS Stand-Alone Lizenz | 6.06003.010 |
| Quant Development Software-Lizenz | 6.06008.002 |

## ERGEBNIS

Die NIR-Spektren (Abbildung 2) wurden zusammen mit den entsprechenden Referenzwerten verwendet, um ein Vorhersagemodell für die Quantifizierung des Feuchtigkeitsgehalts in Dieselproben zu erstellen. Die Qualität des Vorhersagemodells wurde anhand des in Abbildung 3 dargestellten Korrelationsdiagramms bewertet, welches eine sehr hohe Korrelation zwischen der NIR-Vorhersage und den gemessenen Werten des Wassergehalts mittels KF-Titration (Referenzwerte) zeigt. Die jeweiligen statistischen Kennzahlen zeigen die erwartete Genauigkeit einer Vorhersage bei der Routineanalyse.

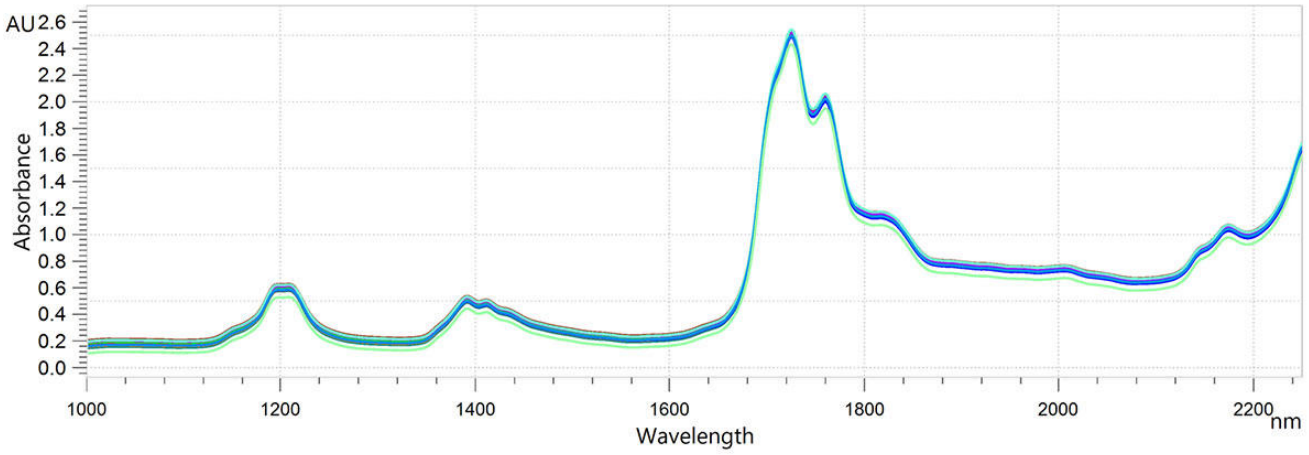



**Abbildung 2.** Übersicht NIR-Spektren von Dieselproben, die mit dem OMNIS NIR Analyzer Liquid analysiert wurden.

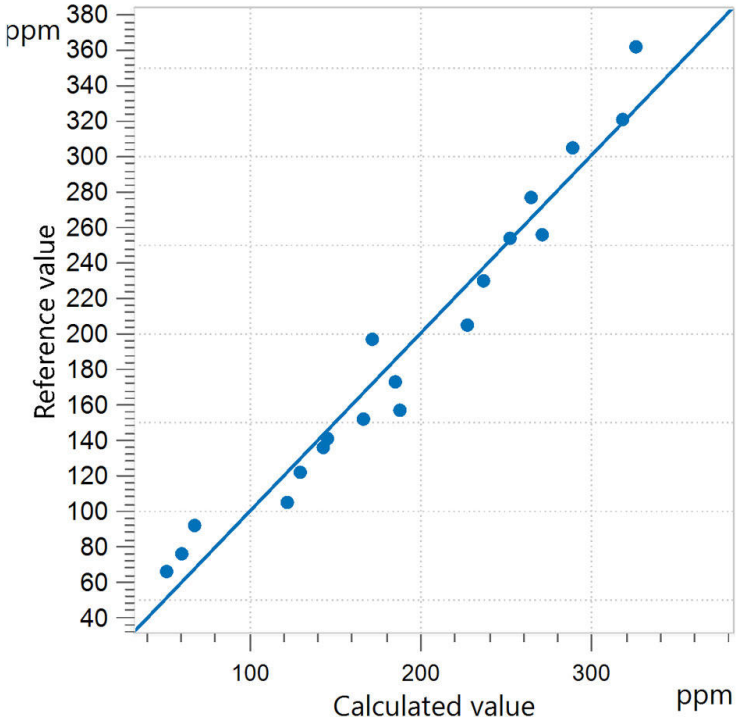



**Abbildung 3.** Korrelationsdiagramm und die jeweiligen statistischen Kennzahlen für die Vorhersage des Wassergehalts in Diesel unter Verwendung eines OMNIS NIR Analyzers Liquid. Die Laborwerte wurden mittels KF-Titration ausgewertet.

| $R^2$ | SEC (mg/L) | SECV (mg/l) |
|---|---|---|
| 0,957 | 12 | 17 |

## FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Möglichkeit, einen Schlüsselparameter für die Qualitätskontrolle von Dieselkraftstoff - den Wassergehalt - mit NIR-Spektroskopie zu bestimmen. Die Hauptvorteile der NIR-Spektroskopie gegenüber nasschemischen Methoden wie der KF-Titration bestehen darin, dass die Betriebskosten deutlich geringer sind und die Zeit bis zum Ergebnis auf wenige Sekunden reduziert wird. Außerdem sind keine Chemikalien erforderlich, und die Proben werden bei der Messung nicht zerstört.

**Tabelle 2.** Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis bei der KF-Titration.

| Parameter | Verfahren | Zeit bis zum Ergebnis |
|---|---|---|
| Wasser | Karl-Fischer-Titration | 5 Minuten |

Interne Referenz: AW NIR CH-0064-112021

## CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen
info@metrohm.ch

## KONFIGURATION



OMNIS NIR Analyzer Liquid

Nahinfrarot-Spektrometer für Flüssigproben.

Der OMNIS NIR Analyzer ist die nach Schweizer Qualitätsstandards entwickelte und produzierte Nahinfrarotspektroskopie(NIRS)-Lösung für die Routineanalytik entlang der gesamten Produktionskette. Die Nutzung neuester Technologien und die Einbindung in die moderne OMNIS Software spiegeln sich in der Geschwindigkeit, der Bedienbarkeit und dem flexiblen Einsatz dieser NIR-Spektrometer wider.

Die Vorteile des OMNIS NIR Analyzer Liquid im Überblick:

- Messungen von Flüssigproben in weniger als 10 Sekunden
- Temperaturregelung an der Probe von 25 °C – 80 °C
- Automatische Erkennung des Einsetzens und der Entnahme des Probengefässes
- Einfache Einbindung in ein Automationssystem oder Verknüpfung mit weiteren Analysentechniken (Titration)
- Unterstützung zahlreicher Probengefässe mit unterschiedlicher Pfadlänge



Halter OMNIS NIR, Vial, 8 mm

Vialhalter für den OMNIS NIR Analyzer für 8 mm Einwegvials (6.7402.240).



### Einwegvial, 8 mm, Transmission, Anz. 100

100 Einwegvials aus Glas (Borosilikat) mit einer optischen Pfadlänge von 8 mm für Analysen von Flüssigkeiten in Transmission. Die Einwegvials werden mit den zugehörigen Verschlussstopfen (Stückzahl = 100) geliefert.

Kompatibel mit:

- Halter OMNIS NIR, Vial, 8 mm (6.07401.070)
- DS2500 Halter für 8 mm Einwegvials (6.7492.020)

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

### OMNIS Stand-Alone Lizenz

Ermöglicht den Stand-Alone Betrieb der OMNIS Software auf einem WindowsTM Computer.

Merkmale:

- Die Lizenz enthält bereits eine OMNIS Geräte Lizenz.
- Muss über das Metrohm Lizenzierungsportal aktiviert werden.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

### Softwarelizenz Quant Development

Softwarelizenz für die Erstellung und Bearbeitung von Quantifizierungsmodellen in einer Stand-Alone OMNIS Software Installation.